www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

JAARGANG 25, 1963, no. 4 blz. 93-128 Verschenen 29 augustus 1963

Philips Technisch Tijdschrift

BEHANDELEND TECHNISCHE VRAAGSTUKKEN
SAMENHANGENDE MET DE PRODUKTEN, WERKWIJZEN EN ONDERZOEKINGEN
VAN DE N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

Op 31 mei jl. heeft ir. D. M. Duinker, waarnemend hoofdredacteur van dit tijdschrift, zijn functie neergelegd wegens het bereiken van de pensioengerechtigde leeftijd. Ir. Duinker heeft na zijn indiensttreding in 1927 als medewerker van het Natuurkundig Laboratorium aanvankelijk onderzoek verricht op het gebied van lastoestellen en andere elektrotechnische apparaten. Reeds in het eerste nummer van dit tijdschrift (jaarg. 1, no. 1, blz. 11) publiceerde hij een artikel over „Relaisbuizen als tijdschakelaars voor het naadlassen". In 1946 trad ir. Duinker toe tot de redactie, waarvan hij 17 jaar deel heeft uitgemaakt. Hij heeft hier een belangrijke rol vervuld, niet alleen door zijn bekwaamheid en werkkracht, maar ook door zijn bijzondere belangstelling voor taalkwesties. De verantwoordelijkheid die de redactie van een technisch tijdschrift draagt om een juist taalgebruik te bevorderen, werd door onze scheidende collega sterk gevoeld. Van de publikaties in dit tijdschrift verzorgde hij vooral die welke handelen over zenders en zendbuizen, over meetapparaten, over televisie en over speciale elektronische schakelingen. Door zijn exacte en heldere wijze van formuleren heeft ir. Duinker degenen die zich in deze materie wilden verdiepen, belangrijke diensten bewezen.

De redactie ziet ir. Duinker node scheiden.

COMBINATIES VAN BUIZEN EN TRANSISTORS IN EEN GESTABILISEERDE GELIJKSPANNINGSBRON VAN 2000 V

door G. KLEIN *) en J. J. ZAALBERG van ZELST *).

621.314.671:621.382.3

In onderstaand artikel — het derde van de reeks over elektronische schakelingen voor speciale meetapparatuur — wordt een zeer goed gestabiliseerde gelijkspanningsbron van 2000 V beschreven. Een bijzonderheid ervan is dat op enige plaatsen in de schakeling een buis is gecombineerd met een transistor. Op deze wijze worden resultaten verkregen die met buizen alleen of met transistors alleen zeer moeilijk of in het geheel niet bereikbaar zijn. Als voorbeeld zijn hier genoemd een cascode, bestaande uit een pentode EL 34 en een transistor OC 139: de effectieve versterkingsfactor van deze cascode is groter dan 10^5.

Elektronenbuizen en transistors zijn elementen die zich op het eerste gezicht niet bijzonder tot samenspel in één schakeling lenen. Bij nadere beschouwing echter blijken er combinaties van beide elementen mogelijk te zijn die ongewone eigenschappen bezitten, waardoor ze in bepaalde gevallen een elegante oplossing bieden.

Zulk een geval deed zich voor toen enige jaren geleden behoefte bleek te bestaan aan een gestabiliseerd hoogspanningsapparaat voor het voeden van scintillatietellers met een instelbare gelijkspanning. De fotomultiplicator, die een belangrijk onderdeel van dit soort tellers uitmaakt, is buitengewoon gevoelig voor fluctuaties in de voedingsgelijkspanning. Daarom moest deze spanning zeer goed gestabiliseerd zijn.

*) Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Het voedingsapparaat moest bij een afgenomen gelijkstroom van 0 tot 5 mA voldoen aan de volgende eisen:

1) Gelijkspanning in kleine stappen instelbaar van 400 tot 2000 V.
2) Naar keuze moet de positieve of de negatieve klem geaard kunnen worden.
3) 10% verandering in de netspanning mag maximaal 0,01% verandering in de geleverde gelijkspanning tot gevolg hebben.
4) 10% verandering in de afgenomen stroom mag maximaal 0,01% verandering in de geleverde gelijkspanning veroorzaken.
5) De topwaarde van de som van brom- en rimpelspanning mag maximaal 10^{-5} maal de ingestelde waarde van de gelijkspanning bedragen [1]).
6) Op lange termijn moet de ingestelde waarde van de gelijkspanning tot op 0,1% constant blijven.

Bovendien werd verlangd dat kortsluiting van de gelijkstroomklemmen geen nadelige gevolgen heeft.

Een later ontwikkelde variant die aan de genoemde eisen voldoet bij stromen van 0 tot 10 mA is afgebeeld in *fig. 1*.

Fig. 1. De gestabiliseerde gelijkspanningsbron voor 400-2000 V in een versie die aan dezelfde eisen voldoet als het in dit artikel beschreven apparaat, maar die een grotere stroom kan leveren, nl. tot 10 mA.

Principe

Fig. 2 brengt het principe van het gestabiliseerde voedingsapparaat („regel-p.s.a.") in herinnering. Volgens dit principe zorgt een regelsysteem ervoor dat de ogenblikswaarde van de uitgangsspanning U_o slechts zeer weinig afhangt van de fluctuaties die aanwezig zijn in de „ongeregelde" spanning U_i — onverschillig welke oorzaak deze hebben — en van de veranderingen in de belasting. Het regelsysteem bestaat uit een in serie met de belasting geschakelde buis T_1 (triode of pentode), die bestuurd wordt door een regelversterker, die het verschil tussen een bepaalde fractie k van de uitgangsspanning U_o en een vaste referentiespanning U_{ref} versterkt.

Met goede benadering geldt voor de verandering ΔU_o in de uitgangsspanning in afhankelijkheid van veranderingen ΔU_i in de ongeregelde spanning en van veranderingen ΔI_o in de belastingsstroom:

$$\Delta U_o = \frac{1}{(1+kA)\mu}\,\Delta U_i - \frac{1}{(1+kA)\,S}\,\Delta I_o .$$

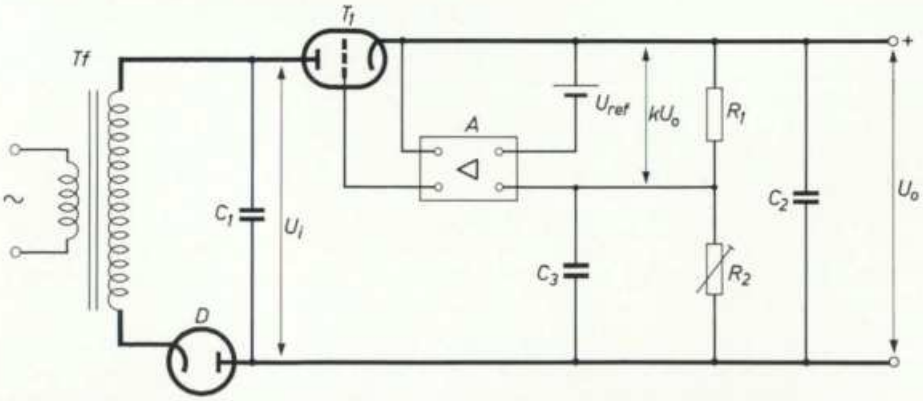


Fig. 2. Principeschema van een regel-p.s.a. *Tf* voedingstransformator. *D* gelijkrichtbuis. C_1 afvlakcondensator, waarover de ongeregelde spanning U_i staat. T_1 seriebuis, bestuurd door de regelversterker A. Ingangsspanning van A is het verschil tussen het deel kU_o van de uitgangsgelijkspanning U_o en een referentiespanning U_{ref}; de fractie k wordt bepaald door de spanningsdeler R_1-R_2. Buffercondensator C_2 is nodig voor de stabiliteit van het regelsysteem. C_3 overbrugt R_2, zodat aan de ingang van A de *volle* rimpelspanning van C_2 aanwezig is; aldus wordt de rimpel zo goed mogelijk weggeregeld.

Hierin is A de versterking van de regelversterker; μ en S zijn resp. de versterkingsfactor en de steilheid van de seriebuis T_1. De grootheid $(1+kA)\mu$ noemen wij de stabilisatie P, de grootheid $1/(1+kA)S$ de inwendige weerstand R_i van het regel-p.s.a. Daar in de regel kA (de rondgangsversterking) veel groter dan 1 is, geldt met

[1]) De met brom aangeduide stoorspanningen komen binnen langs parasitaire wegen, b.v. via de parasitaire capaciteit tussen de transformatorspoelen. In het onderhavige geval is door afscherming in de transformator en door geschikte montage de brom zo klein gemaakt dat hij hier verder buiten beschouwing mag blijven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

goede benadering:

$$P = kA\mu \quad \text{en} \quad R_i = 1/kAS \; . \; . \; . \; (1)$$

Voor kleine vermogens en bij niet al te strenge eisen wat betreft de constantheid van de gelijkspanning vormt een hoogfrequentieoscillator waarvan de spanning wordt omhoogge-transformeerd, gelijkgericht en gestabiliseerd, dikwijls een handige oplossing. In het onderhavige geval echter is het vermogen (10 W aan de uitgang) voor dit systeem aan de hoge kant en aan de gestelde eisen inzake stabiliteit en inwendige weerstand zou moeilijk voldaan kunnen worden.

Bij p.s.a.'s voor *lage* spanning kan men royaal zijn met de capaciteit van de verschillende condensatoren; dit is vooral van belang voor de buffercondensator C_2 (fig. 2) over de uitgang. In het geval van *hoge* spanning echter moet men erop letten dat volume, gewicht en prijs van de condensatoren niet onevenredig groot worden in vergelijking met die van de overige onderdelen. Zoals echter nog zal blijken, kan beperking van deze capaciteiten ver strekkende nadelige gevolgen hebben. Voor de capaciteiten C_1 en C_2 (fig. 2) is als compromis de waarde 0,2 µF gekozen. Uit een eenvoudige berekening volgt dat met een afvlakcondensator van 0,2 µF en bij volle belasting de rimpelspanning over C_1 een amplitude van 125 V heeft.

Het enige type buis dat hier voor de seriebuis T_1 in aanmerking komt en dat nog tot de klasse der „ontvangbuizen" behoort, is de pentode EL 34. Daar wij bij voorkeur het gebruik van aftakschakelaars aan de hoogspanningswikkeling van de transformator wilden vermijden, komt over de seriebuis een hoge spanning te staan in het geval men instelt op een lage uitgangsspanning: in de toestand met de nominale netspanning, de laagste uitgangsspanning (400 V) en volle belasting moet de seriebuis ca. 2500 V opnemen. Daarbij blijft de anodedissipatie (15 W) ver beneden het toegelaten maximum, maar de genoemde spanning overschrijdt de maximale waarde die officieel is toegelaten en die bij een dichte buis 2000 V bedraagt. Bij de proeven die wij daarom met een aantal buizen EL 34 hebben genomen, deed zich echter geen enkele moeilijkheid voor. *Fig. 3* geeft de stuurroosterspanning V_{g1} en de schermroosterstroom I_{g2} als functie van de anodespanning V_a bij constante anodestroom (5 mA) en constante schermroosterspanning (100 V). Uit het verloop van de beide lijnen blijkt dat de buis zich bij de ongewoon hoge anodespanningen nog geheel normaal gedraagt. Wij hebben dan ook het geringe risico van de te hoge spanning aanvaard, liever dan over te gaan tot het gebruik van hetzij aftakschakelaars, hetzij twee buizen EL 34 in serie of een (veel kostbaardere) zendbuis.

De EL 34 blijkt in onze schakeling te kunnen volstaan met een schermroosterspanning van ca. 70 V. De helling van de lijn $V_{g1} = f(V_a)$ in fig. 3 komt overeen met een versterkingsfactor μ van 225. De steilheid loopt bij 5 mA anodestroom uiteen van ca. 2,5 tot 3,0 mA/V. Deze gegevens zullen wij aanstonds nodig hebben.

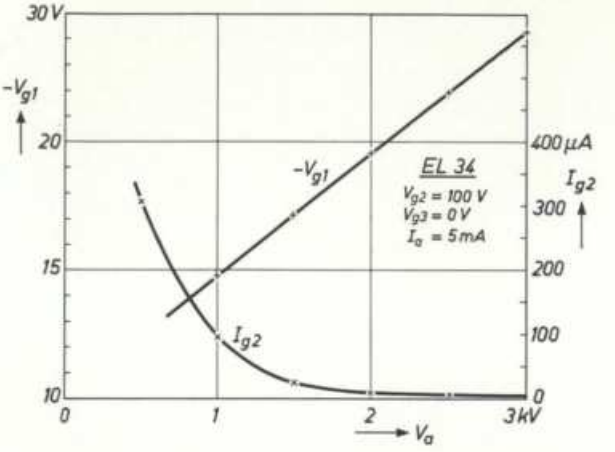


Fig. 3. Stuurroosterspanning V_{g1} en schermroosterstroom I_{g2} van de pentode EL 34 als functie van de anodespanning V_a, bij constante anodestroom ($I_a = 5$ mA) en constante schermroosterspanning ($V_{g2} = 100$ V). Het verloop van beide lijnen is een aanwijzing dat de buis zich bij anodespanningen van 2 tot 3 kV nog geheel normaal gedraagt.

Berekeningen betreffende de versterking

De bovengenoemde eisen (3) en (5) hebben betrekking op de stabilisatie (tegen netspanningsschommelingen, resp. ter reductie van de rimpel) en eis (4) op de regulatie. In het onderstaande wordt berekend hoe groot de versterking A van de regelversterker (in fig. 2 aangeduid met A) ter voldoening aan deze eisen moet zijn, indien wordt uitgegaan van de EL 34 als seriebuis. Daarna wordt nagegaan welke versterking met het oog op de sprongkarakteristiek van het regelsysteem nog toelaatbaar is.

Stabilisatie tegen netspanningsschommelingen

Voor *langzame* veranderingen is de in (1) voorkomende factor k gelijk aan $R_1/(R_1+R_2)$, zie fig. 2. Daar het regelsysteem ernaar streeft om kU_o gelijk te maken aan U_{ref}, kan men hierin ook schrijven: $k = U_{ref}/U_o$.

Bij de nominale netspanning en een afgenomen stroom $I_o = 5$ mA is U_i ca. 2500 V. Bij 10% afwijkende netspanning verandert U_i dus ca. 250 V. Dit mag volgens de stabilisatie-eis een verandering in U_o van maximaal $10^{-4}U_o$ tot gevolg hebben. De

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

stabilisatie moet dus ten minste $250/10^{-4}U_o$ bedragen:

$$\frac{\mu\, A\, U_{ref}}{U_o} = \frac{250}{10^{-4}\, U_o}.$$

Met $\mu = 225$ en $U_{ref} = 83$ V volgt hieruit:

$$A \geqq 135. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (2)$$

Reductie van de rimpel

De rimpel in de uitgangsspanning is P maal zo klein als de rimpel in de ongeregelde spanning, met dien verstande dat de factor k die in P voorkomt (zie verg. 1), voor de frequenties van de rimpel gemakkelijk nagenoeg 1 kan worden gemaakt. Men behoeft daartoe slechts de weerstand R_2 (fig. 2) te overbruggen met een condensator C_3 van voldoende capaciteit: dan komt op de ingang van de regelversterker A vrijwel de volle uitgangsrimpel te staan, in plaats van slechts de fractie $R_1/(R_1+R_2)$ ervan.

Zoals boven is vermeld, heeft de rimpel over C_1 bij volle belasting de amplitude 125 V, dus een waarde van 250 V top-top. Volgens eis (5) mag de uitgangsrimpel maximaal $10^{-5}U_o$ bedragen. Deze eis is het zwaarst als U_o is ingesteld op de laagste waarde (400 V). Men vindt dan:

$$\frac{250}{\mu A} \leqq 10^{-5} \times 400,$$

waaruit met $\mu = 225$ volgt:

$$A \geqq 270. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (3)$$

Regulatie

De inwendige weerstand R_i van een regel-p.s.a. bedraagt volgens (1): $R_i = 1/kAS$. Volgens de regulatie-eis (eis 4) mag 10% verandering in de stroom I_o een verandering van maximaal $10^{-4}U_o$ in de uitgangsspanning tot gevolg hebben. Dus:

$$\frac{1}{kAS} \leqq \frac{10^{-4}\, U_o}{0{,}1\, I_o}.$$

Hierin moet voor I_o de maximale waarde (5 mA) en voor S de minimale (2,5 mA/V) worden gesubstitueerd. Men vindt dan, met $k = U_{ref}/U_o$ en $U_{ref} = 83$ V:

$$A \geqq \text{ca. } 25. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (4)$$

Uit (2), (3) en (4) volgt dat pas met $A = 270$ aan alle drie de eisen wordt voldaan.

Sprongkarakteristiek

Regelsystemen kunnen op een sprongvormige storing op verschillende wijzen reageren. In het algemeen zijn reacties in de vorm van een trillingsverschijnsel ongewenst; met andere woorden: *de sprongkarakteristiek dient weinig of geen doorschot te vertonen.* Is aan deze voorwaarde voldaan, dan zal de *stabiliteit* van het regelsysteem ook bij de gebruikelijke tolerantie in de waarden van de onderdelen verzekerd zijn.

De vraag is nu of in het onderhavige geval een versterking $A = 270$ verenigbaar is met een sprongkarakteristiek zonder doorschot. Voor eenvoudige lineaire regelsystemen met twee tijdconstanten, τ_1 en $\tau_2 < \tau_1$, leidt men gemakkelijk af dat de voorwaarde voor het gewenste verloop van de sprongkarakteristiek luidt: rondgangsversterking $kA \leqq \frac{1}{4}\tau_1/\tau_2$, dus:

$$A \leqq \frac{\tau_1}{4k\tau_2}. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (5)$$

Voor eenvoudige lineaire regelsystemen met twee tijdconstanten (*fig. 4*) geldt de volgende differentiaalvergelijking:

$$\left[\tau_1\tau_2\frac{d^2}{dt^2} + (\tau_1+\tau_2)\frac{d}{dt} + kA + 1\right] v = Av_i.$$

Opdat de sprongkarakteristiek vrij van trillingen zij (ook van gedempte), moet de discriminant van de vorm tussen vierkante haken positief zijn:

$$(\tau_1+\tau_2)^2 - 4\,\tau_1\tau_2\,(kA+1) > 0.$$

Men kan deze voorwaarde ook als volgt schrijven:

$$\frac{\tau_1}{\tau_2} + \frac{\tau_2}{\tau_1} > 4kA + 2.$$

Is $\tau_1 \gg \tau_2$ en $kA \gg 1$, dan gaat dit met goede benadering over in:

$$\frac{\tau_1}{\tau_2} > 4kA,$$

waaruit (5) direct volgt.

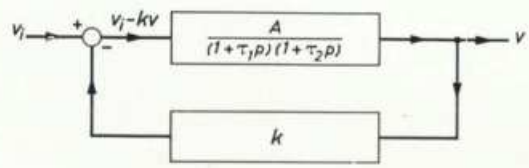


Fig. 4. Schematische voorstelling van een lineair regelsysteem met twee tijdconstanten, τ_1 en τ_2. Met p is de differentiaaloperator d/dt aangeduid, met v de uitgangsspanning, en met k de versterking (<1) in de terugkoppelweg.

In ons geval zijn er inderdaad in hoofdzaak slechts twee tijdconstanten in het spel. De ene is de tijdconstante van de regelversterker; de minimumwaarde ervan is bepaald door een weerstand en een parasitaire capaciteit. Als de versterking A van de orde van 100 moet zijn, zal men rekening dienen te houden met een tijdconstante van ten minste ca. 5 microseconden. De andere tijdconstante is gelijk aan het produkt van de differentiaalweerstand van de seriebuis ($= 1/S$) en de buffercapaciteit C_2. Elk van de twee tijdconstanten kan men tot de grootste maken door bijschakelen van capaciteit.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Welke van de twee kiest men hier nu als grootste en welke als kleinste tijdconstante? Bij gelijkspanningsvoedingsapparaten is het gunstig, over de uitgang een buffercapaciteit C_2 te schakelen; deze vangt plotselinge veranderingen in de belasting op, en wel des te beter naarmate hij groter is. Daarnaast blijft het uiteraard wenselijk dat de versterker zo snel mogelijk reageert, dus dat zijn tijdconstante zo klein mogelijk is. Hier ligt het dus voor de hand om deze laatste tijdconstante als kleinste te kiezen: $\tau_2 =$ ca. 5 μs, en C_2/S als grootste. Met $k = U_{ref}/U_o$ gaat (5) nu over in:

$$A \leqq \frac{U_o}{4\,U_{ref}} \frac{C_2}{S\,\tau_2}. \quad \ldots . \quad (6)$$

Substitueert men in (6) voor U_o de kleinste waarde die voorkomt (400 V) en voor S de grootste (3 mA/V) en verder $U_{ref} = 83$ V, $C_2 = 0{,}2$ μF en $\tau_2 = 5$ μs, dan vindt men als voorwaarde voor een sprongkarakteristiek zonder doorschot:

$$A \leqq \text{ca. } 15\,.$$

De maximaal toelaatbare waarde $A = 15$ ligt dus ver beneden de waarde 270 die volgens het voorgaande op zijn minst nodig is om te voldoen aan de eisen inzake stabilisatie en regulatie!

Betrof het een p.s.a. voor lage spanning, dan zou men gemakkelijk uit de impasse kunnen geraken door de capaciteit C_2 groter te kiezen: τ_1 neemt dan toe, zodat de versterking A groter kan zijn zonder dat de sprongkarakteristiek doorschot gaat vertonen. Zoals echter boven al is opgemerkt, is in het onderhavige geval de spanning zo hoog dat men C_2 liever niet groter dan 0,2 μF kiest.

Cascode, bestaande uit een pentode en een transistor

De tegenstrijdigheid zou verdwijnen indien de seriebuis een versterkingsfactor en een steilheid had die aanzienlijk groter waren dan 225 resp. 3 mA/V. Immers, de stabilisatie is evenredig met μ en de regulatie met S, zie (1).

Een grote versterkingsfactor zou men verkrijgen door de EL 34 te combineren met een tweede buis tot een cascode: de effectieve versterkingsfactor van een cascode is namelijk ongeveer gelijk aan het produkt van de μ's van elk der buizen [2]). Plaatst men in de cascode de EL 34 als „bovenste" en de tweede buis als „onderste" buis, dan is de effectieve steilheid van de cascode ten naaste bij gelijk aan de steilheid van de tweede buis [2]). De cascode zou dus ook wat steilheid betreft gunstiger dan de EL 34 zijn indien men een tweede buis met een aanmerkelijk grotere steilheid dan 3 mA/V zou hebben. Er zijn echter geen buizen die bij stromen van 1 tot 5 mA zulk een steilheid hebben.

Door nu in plaats van de onderste buis een transistor te nemen, krijgt men een oplossing die zowel qua versterkingsfactor als qua steilheid bijzonder gunstig is. Bovendien is de voeding eenvoudiger dan bij een cascode die uit twee buizen bestaat. Wegens de stroomrichting moet de transistor er een zijn van de soort N-P-N, b.v. een OC 139.

De schakeling is weergegeven in *fig. 5*. De regelversterker A bestuurt de transistor tussen basis en

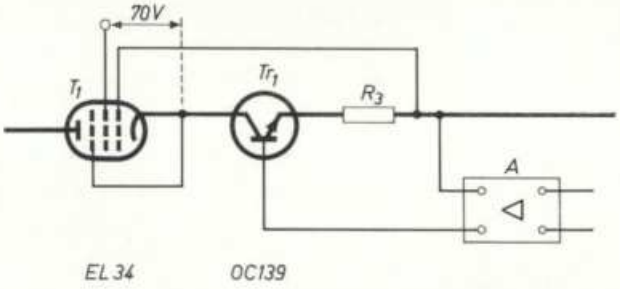


Fig. 5. Cascode, gevormd door een buis T_1 en een transistor Tr_1 (pentode EL 34 resp. N-P-N-transistor OC 139). Deze cascode heeft een effectieve versterkingsfactor van meer dan 10^5 en een grote steilheid; ze kan daarom met voordeel de buis T_1 van fig. 2 vervangen.
A regelversterker. R_3 (b.v. 68 ohm) beperkt de effectieve steilheid van de cascode (gelijk aan de steilheid van de transistor, dus evenredig met de emissorstroom); bij volle belasting zou anders de steilheid zo groot kunnen worden dat het regelsysteem doorschot ging vertonen of zelfs instabiel werd.

emissor, en de spanning tussen collector en emissor dient als stuurspanning voor de pentode (de weerstand R_3 blijve nog even buiten beschouwing). Daar de laatstgenoemde spanning in de uiterste gevallen —4 en —16 V bedraagt, komt de spanning tussen collector en emissor nooit boven de waarde van 20 V uit [3]), die niet overschreden mag worden. In de transistor wordt maximaal 0,1 W gedissipeerd, wat ver beneden het toegelaten maximum blijft.

De effectieve versterkingsfactor μ_{tr} van transistors (zie voor deze grootheid de onderstaande klein gedrukte tekst) kan gemakkelijk een waarde van meer dan 500 bereiken, zodat de effectieve versterkingsfactor, μ_{casc}, groter dan 10^5 wordt. Ook de steilheid van transistors (op analoge wijze gedefinieerd als bij buizen) is bij gelijke stroom aanzienlijk groter dan die van buizen, namelijk tot ca. 40 I_e mA/V, als I_e de emissorstroom in mA is [4]). Men kan dit ook zo uitdrukken: terwijl bij buizen

[2]) Zie b.v. Philips techn. T. **23**, 73, 1961.

[3]) Behalve bij kortsluiting van de gelijkstroomklemmen. Wij komen daarop nog terug.

[4]) F. H. Stieltjes en L. J. Tummers, Philips techn. T. **17**, 212, 1955.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

de verhouding I_a/S, voor anodestromen van enige milliampères, in de orde van 1 V ligt, is de overeenkomstige verhouding bij transistors van de orde van 0,1 V en bij zeer kleine collectorstromen zelfs ca. 25 mV.

De effectieve versterkingsfactor van een transistorschakeling

In *fig. 6* is vereenvoudigd de schakeling weergegeven waarin de transistor Tr_1 van fig. 5 zich bevindt. De weerstanden die door de emissor- en de basisstroom worden doorlopen, zijn aangeduid met r_e resp. r_b, de versterkte stuurspanning $A(kU_o - U_{rel})$ met v_s en stroom- en spanningsveranderingen met i resp. v; de indices e, b en c hebben betrekking op resp. de emissor, de basis en de collector.

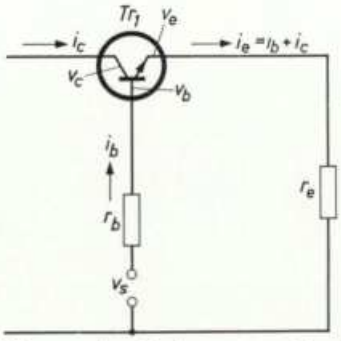


Fig. 6. Ter afleiding van de effectieve versterkingsfactor μ_{tr} van de transistor Tr_1 in fig. 5.

Voor de veranderingen van de collector- en de basisstroom gelden de volgende vergelijkingen:

$$i_c = S(v_b - v_e) + \frac{S}{\mu}(v_c - v_e), \quad \ldots\ (7)$$

$$i_b = \frac{S}{\alpha'}(v_b - v_e) - \frac{S}{\alpha'\mu'}(v_c - v_e). \quad \ldots\ (8)$$

Verg. (7) is geheel analoog met de vergelijking voor een triode, waarvan de katode correspondeert met de emissor, het rooster met de basis en de anode met de collector, en waarvan de steilheid S is en de versterkingsfactor μ. In (8) is α' de stroomversterkingsfactor van de transistor in schakelingen met gemeenschappelijke emissor [5]) en μ' een factor die relatief weinig van μ verschilt. Bovendien heeft men de volgende betrekkingen:

$$v_e = (i_c + i_b)r_e \quad \ldots\ (9)$$

en

$$v_s = v_b + i_b r_b. \quad \ldots\ (10)$$

Door (7) en (8) bij elkaar op te tellen, vindt men een vergelijking waaruit met behulp van (9) $i_b + i_c$ kan worden geëlimineerd. Het resultaat is:

$$\frac{1}{S}\frac{v_e}{r_e} = \left(1 + \frac{1}{\alpha'}\right)(v_b - v_e) + \left(\frac{1}{\mu} - \frac{1}{\alpha'\mu'}\right)(v_c - v_e). \quad (11)$$

Eliminatie van i_b en v_b uit (8), (10) en (11) leidt tot een vergelijking voor v_e waarin v_s en v_c voorkomen met de volgende coëfficiënten:

$$\frac{1 + \frac{1}{\alpha'}}{1 + \frac{Sr_b}{\alpha'}} \text{ resp. } \left(\frac{1}{\mu} - \frac{1}{\alpha'\mu'} + \frac{\frac{Sr_b}{\alpha'\mu'}}{1 + \frac{Sr_b}{\alpha'}}\right).$$

De eerste coëfficiënt is een maat voor de invloed van v_s op v_e, de tweede is een maat voor de invloed van v_c op v_e. In de schakeling van fig. 5 zijn ze dus een maat voor de invloed van de stuurspanning resp. de collectorspanning (= katodespanning van de EL 34) op de uitgangsspanning. De verhouding van deze coëfficiënten kan men de effectieve versterkingsfactor μ_{tr} van de transistor noemen. Daar in de praktijk α' veel groter dan 1 is en μ' van dezelfde orde als μ, is met goede benadering:

$$\mu_{tr} = \frac{1}{\frac{1}{\mu} + \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu'}\right)\frac{Sr_b}{\alpha'}}. \quad \ldots\ (12)$$

Indien $r_b \leq \alpha'/S$ (van de orde van 1 kΩ), volgt uit (12), met $\mu' \approx \mu$:

$$\mu_{tr} > \tfrac{1}{3}\mu.$$

Bij de meeste typen transistors is $\mu = 1500$ of meer, μ_{tr} dus groter dan 500.

De grootheid $(\mu^{-1} + \mu'^{-1})S$ die in (12) voorkomt, en dus ook $(\mu^{-1} + \mu'^{-1})$, leidt men gemakkelijk uit de gepubliceerde karakteristieken van de transistor af. Immers, voor constante basisstroom ($i_b = 0$) gaat (8) over in:

$$v_b - v_e = \frac{1}{\mu'}(v_c - v_e).$$

Hiermee volgt uit (7):

$$i_c = \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu'}\right) S\,(v_c - v_e),$$

dus

$$\left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu'}\right) S = \frac{i_c}{v_c - v_e}. \quad \ldots\ (13)$$

De laatste breuk correspondeert met de helling van de karakteristieken die de collectorstroom geven als functie van $v_c - v_e$ bij constante basisstroom.

Het is duidelijk dat men bij gebruik van een cascode met zulk een uitzonderlijk grote effectieve versterkingsfactor kan volstaan met een zeer kleine versterking A (ca. 10). Deze kan gemakkelijk met één trap worden verkregen. Het aantal tijdconstanten blijft aldus minimaal, wat de eenvoud en de stabiliteit van het regelsysteem ten goede komt.

Bij 5 mA belasting loopt de steilheid van de transistor (dus ook die van de cascode) op tot ca. 100 mA/V. De tijdconstante $\tau_1 = C_2/S$ neemt dus af tot ca. 2 µs en wordt derhalve kleiner dan $4\tau_2 \approx 20$ µs. Ter handhaving van de stabiliteit is daarom in serie met de emissor een weerstand R_3 opgenomen (fig. 5). Dan wordt $\tau_1 = C_2(R_3 + S^{-1})$, dus minder afhankelijk van S, d.w.z. minder afhankelijk van de belasting. Een weerstand $R_3 = 68$ ohm blijkt groot genoeg te zijn; aan de regulatie-eis is daarmee nog ruimschoots voldaan.

Andere onderdelen

Referentiespanningsbron

Als bron van de referentiespanning dient een spanningsstabiliseerbuis type 83A1. De glimontlading in deze buis heeft een brandspanning van ca. 83 V. Daar deze spanning enigszins afhangt van de

[5]) Zie het in [4]) aangehaalde artikel, blz. 210.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

stroom door de buis, wordt de stroom betrokken van een gestabiliseerde hulpspanningsbron (—150 V ten opzichte van de plusklem). De temperatuurcoëfficiënt van de brandspanning bedraagt —3,5 mV/°C, d.i. ongeveer $-4\times10^{-5}\ U_{ref}$ per °C.

Regelversterker

In *fig. 7* is de schakeling van de regelversterker weergegeven. Deze bestaat uit een dubbele triode T_2-T_3 (type E 80 CC) in balansschakeling, waarin de spanning kU_o wordt vergeleken met de referentiespanning. De buis E 80 CC laat in deze schakeling het gebruik van ongestabiliseerde gloeispanning toe: 10% verandering in de gloeispanning heeft hetzelfde effect als een stoorspanning aan de ingang van maximaal slechts ca. 8 mV, d.i. $10^{-4}\times U_{ref}$. Bij de meeste andere typen buizen die hier overigens ook in aanmerking zouden komen, is de equivalente stoorspanning op zijn minst 3 maal zo groot.

Daar Tr_1 enkelzijdig werkt, is bij één helft (T_2) van de E 80 CC geen anodeweerstand nodig. Deze helft wordt gevoed uit de zoëven genoemde hulpspanningsbron van —150 V. Voor de helft met anodeweerstand (T_3) is een hulpspanning van ca. +80 V nodig. Deze hulpspanningsbronnen, die beide gestabiliseerd zijn, worden in de volgende paragraaf besproken.

De transistor Tr_1 moet bestuurd worden door een bron met lage impedantie. In beginsel zou men daarom tussen de buis T_2 en deze transistor een katodevolger kunnen plaatsen. Een buis heeft hier echter het bezwaar dat 10% verandering in de gloeispanning de stuurspanning met 0,15 tot 0,20 V doet variëren, wat overeenkomt met een stoorspanning van 15 tot 20 mV aan de ingang van de regelversterker. Om deze reden wordt in plaats van een katodevolger een transistor (Tr_2) gebruikt die geschakeld is als emissorvolger, d.w.z. de emissor van Tr_2 (verbonden met de basis van Tr_1) volgt de spanningsveranderingen van de basis van Tr_2, die verbonden is met de anode van T_3. De transistor Tr_2 is, evenals Tr_1, van het type OC 139.

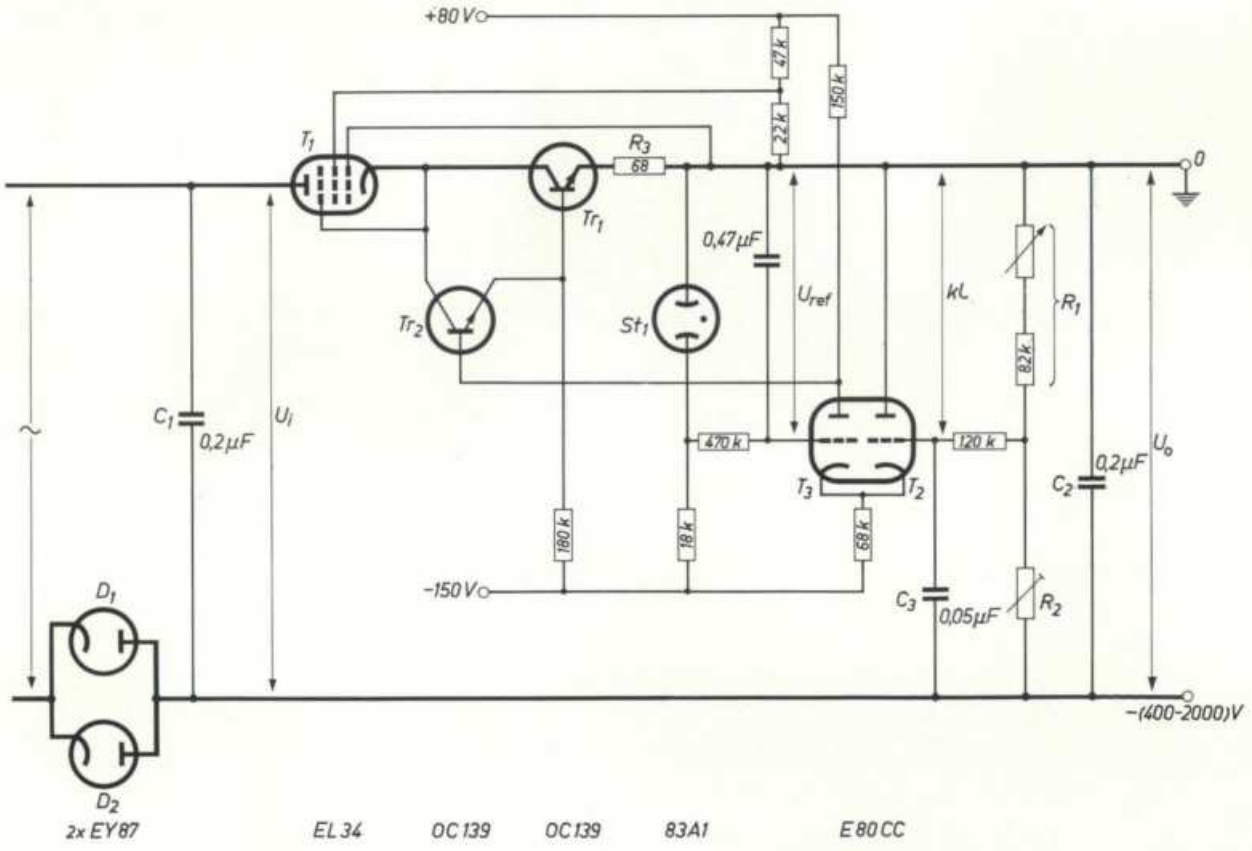


Fig. 7. Het voornaamste deel van de schakeling van de gestabiliseerde gelijkspanningsbron van 400-2000 V, maximaal 5 mA, waarin de cascode T_1-Tr_1 van fig. 5 wordt toegepast. D_1, D_2 twee gelijkrichtbuizen EY 87 parallel. Betekenis van C_1, C_2, C_3, R_1 en R_2 als in fig. 2.
De regelversterker (A in fig. 2) bevat een dubbele triode T_2-T_3 in balansschakeling met gemeenschappelijke katodeweerstand. Hier wordt de spanning kU_o vergeleken met de referentiespanning U_{ref}, geleverd door de stabiliseerbuis St_1. De anode van T_3 bestuurt de basis van Tr_1 via een transistor Tr_2 (emissorvolger).
T_2, T_3, Tr_2 en het schermrooster van T_1 worden gevoed uit gestabiliseerde hulpspanningsbronnen van +80 en —150 V ten opzichte van de (hier geaard getekende) plusklem.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Hulpspanningsbronnen

Zoals boven is gebleken, zijn er twee gestabiliseerde hulpspanningsbronnen nodig, waarvan de ene —150 V en de andere +80 V ten opzichte van de plusklem levert. Beide spanningen worden betrokken van één hulpregel-p.s.a. Ook hierin is met voordeel gebruik gemaakt van een combinatie van een buis en een transistor.

spanning nodig maken. Als zodanig is alleen de ongeregelde gelijkspanning beschikbaar, maar het gebruik hiervan zou de stabilisatie aanzienlijk verminderen.

Deze moeilijkheid is omzeild door als anodeweerstand een transistor (Tr_3) te laten dienst doen. Een transistor met een vaste basisspanning en een weerstand in serie met de emissor (fig. 8) heeft namelijk in de collectorketen een zeer hoge

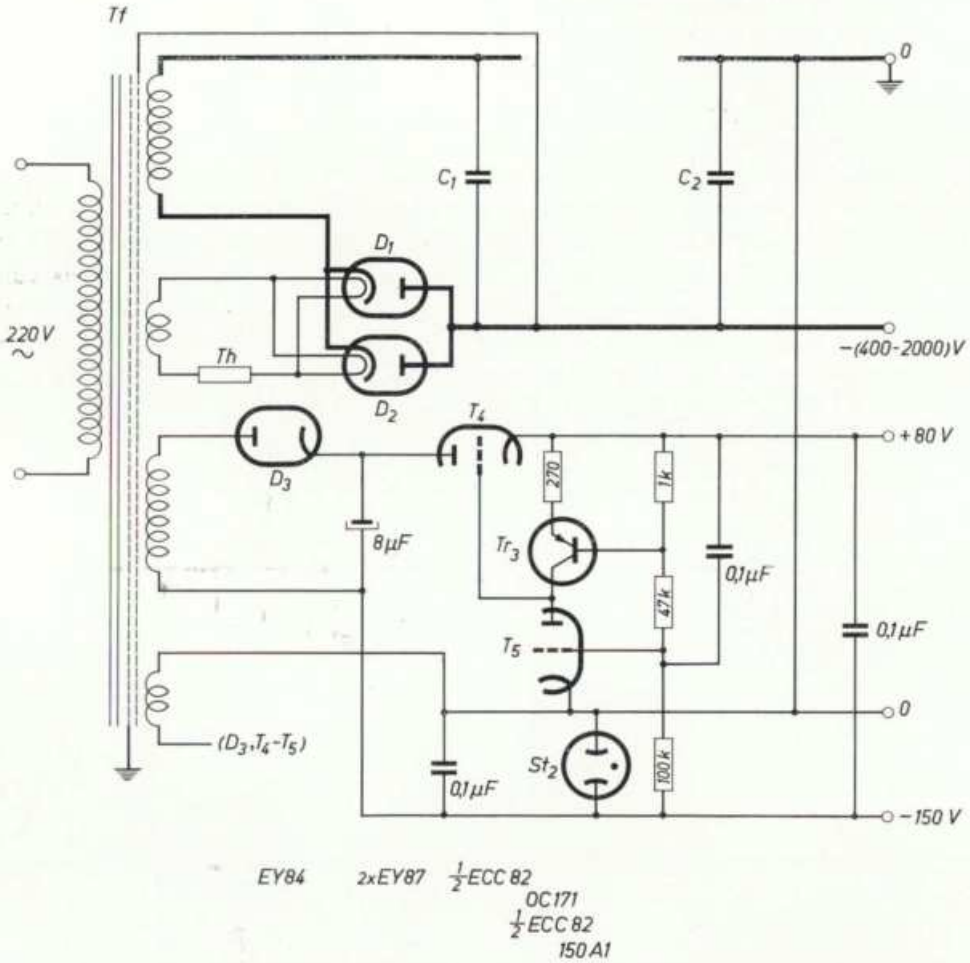


Fig. 8. Voedingsgedeelte. *Tf* voedingstransformator met dubbele afscherming. De NTC-weerstand *Th* in serie met de gloeidraden van de gelijkrichtbuizen D_1 en D_2 vertraagt bij het inschakelen het warm worden van de katodes zodanig dat wanneer de hoge gelijkspanning ontstaat, de regelversterker al functioneert.

Gelijkrichtbuis D_3, seriebuis T_4, regelversterker T_5 en stabiliseerbuis St_2 vormen een klein regel-p.s.a., dat de hulpspanningen van +80 en —150 V ten opzichte van de plusklem levert. Als anodeweerstand van T_5 fungeert een transistor Tr_3, die een lage gelijkstroomweerstand combineert met een hoge differentiaalweerstand, zodat zonder een extra voedingsspanning toch een voldoende versterking wordt verkregen.

De schakeling is weergegeven in *fig. 8*. Als seriebuis van het hulp-p.s.a. dient één helft (T_4) van een dubbele triode ECC 82, als bron van de referentiespanning een stabiliseerbuis St_2 (type 150 A1) en als regelversterker de andere helft van de ECC 82 (T_5). Om voldoende versterking te krijgen, moet men T_5 een vrij hoge anodeweerstand geven. Een gewone weerstand zou echter een hoge voedings-differentiaalweerstand. De gelijkstroomweerstand van de transistor is echter laag, zodat voor de voeding van de buis T_5 en de transistor samen de gestabiliseerde gelijkspanning kan worden gebruikt (klem +80 V). Voorwaarde hiertoe is slechts dat bij de seriebuis T_4 de katode meer dan 3 V positief ten opzichte van het rooster is; hieraan is gemakkelijk te voldoen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

De differentiaalweerstand van de transistor in fig. 8

De schakeling waarin de transistor Tr_3 van fig. 8 zich bevindt, is weergegeven in *fig. 9a*. Met behulp van de verg. (7), (8) en (9) en van de betrekking $v_b = -i_b r_b$ vindt men voor de veranderingen van de collector- en de basisstroom de volgende vergelijkingen:

$$\left\{1 + \left(1 + \frac{1}{\mu}\right)Sr_e\right\} i_c + \left\{Sr_b + \left(1 + \frac{1}{\mu}\right)Sr_e\right\} i_b = \frac{S}{\mu} v_e,$$

$$\left(1 - \frac{1}{\mu'}\right)Sr_e \; i_c + \left\{\alpha' + Sr_b + \left(1 - \frac{1}{\mu'}\right)Sr_e\right\} i_b = -\frac{S}{\mu'} v_e.$$

Hieruit kan men v_e/i_c, gelijk aan de gezochte differentiaalweerstand R_d, oplossen. Men vindt dan een ingewikkelde uitdrukking, maar deze is met geringe verwaarlozingen te vereenvoudigen tot de volgende formule:

$$R_d = \frac{\frac{\alpha'}{S} + \alpha' r_e + r_b}{\frac{\alpha'}{\mu} + \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu'}\right) S(r_e + r_b)}. \quad \ldots \quad (14)$$

Voor de hierin voorkomende uitdrukking $(\mu^{-1} + \mu'^{-1})S$ hebben wij boven gevonden dat ze correspondeert met de helling van de karakteristieken die de collectorstroom geven als functie van de spanning tussen collector en emissor bij constante basisstroom; zie verg. (13). Voor $(\mu^{-1} + \mu'^{-1})S$ schrijven wij nu kortheidshalve $1/\varrho$.

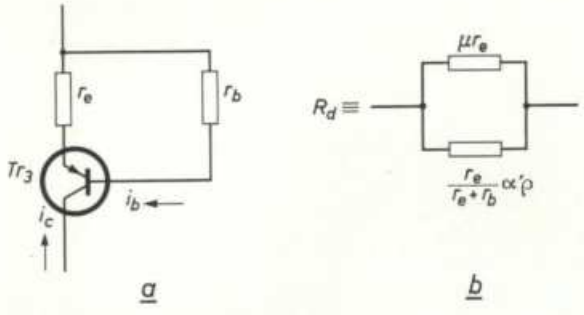


Fig. 9. *a*) Ter afleiding van de differentiaalweerstand van de transistor Tr_3 van fig. 8.
b) De differentiaalweerstand R_d blijkt met goede benadering te kunnen worden opgevat als de parallelschakeling van een weerstand μr_e en een weerstand $\alpha' \varrho r_e/(r_e + r_b)$, zie verg. (15).

Om grote waarden van R_d te verkrijgen, moet men ervoor zorgen dat r_e bij voorkeur groter (althans niet veel kleiner) dan r_b is. Geldt bovendien: $Sr_e \gg 1$, dan kan men (14) vereenvoudigen tot:

$$R_d = \frac{1}{\frac{1}{\mu r_e} + \frac{r_e + r_b}{r_e} \frac{1}{\alpha' \varrho}}. \quad \ldots \ldots \quad (15)$$

Uit (15) blijkt dat men R_d kan opvatten als de parallelschakeling van een weerstand μr_e en een weerstand $\alpha' \varrho r_e/(r_e + r_b)$, zie fig. 9*b*. De differentiaalweerstand is des te groter naarmate de transistor een grotere μ heeft, d.w.z. naarmate de collectorspanning minder invloed op de collectorstroom heeft. Deze invloed is bij transistors die volgens de legeer-diffusietechniek zijn vervaardigd („p.o.b.-transistors") [6]), zoals type OC 171, aanmerkelijk kleiner dan bij andere transistors, b.v. type OC 71. Met de OC 171 zijn dan ook buitengewoon hoge differentiaalweerstanden te verkrijgen.

[6]) P. J. W. Jochems, De legeer-diffusietechniek bij de vervaardiging van hoogfrequentietransistors, Philips techn. T. **24**, 229-237, 1962 (no. 8).

Indien r_e oneindig groot en r_b eindig is, bereikt R_d blijkens (15) zijn maximale waarde, die gelijk is aan $\alpha' \varrho$. Voor de OC 171 is deze grenswaarde ca. 10 MΩ, voor de OC 71 ca. 0,5 MΩ. Zoals reeds opgemerkt, kon in het onderhavige geval met een veel kleinere waarde van R_d worden volstaan.

Spanningsdeler

De uitgangsgelijkspanning kan worden gevarieerd door wijziging van de weerstand R_2 van de spanningsdeler (fig. 7). In een bepaald geval werd verlangd dat de spanning in stappen van 200 V instelbaar was van 2000 V tot 400 V en dat er bovendien tien stappen van 20 V en tien stappen van 2 V beschikbaar waren. Daartoe werd R_2 samengesteld uit zeven weerstanden van 180 kΩ, tien van 18 kΩ en tien van 1,8 kΩ; R_1 bestond uit een vaste weerstand van 82 kΩ in serie met een continu variabele correctieweerstand van 0 tot 15 kΩ. Al deze weerstanden zijn metallisch en hun temperatuurcoëfficiënt is kleiner dan 5×10^{-5} per °C.

Voorkomen moet worden dat bij het variëren van R_2 schakelverschijnselen ontstaan die gevaar voor de transistors opleveren. Dit gebeurt door de schakeling die tegen de gevolgen van kortsluiting van de uitgang beveiligt (zie beneden).

Ook het te snel opkomen van de hoogspanning bij het inschakelen van het apparaat zou voor de transistors gevaarlijk kunnen zijn. Om deze reden is in serie met de gloeidraden van de gelijkrichtbuizen (twee buizen EY 87 parallelgeschakeld) een N.T.C.-weerstand opgenomen (*Th* in fig. 8) die bij kamertemperatuur een 70 maal zo grote weerstand heeft als bij de werktemperatuur. Deze weerstand vertraagt het warm worden van de katodes zo zeer dat de hoogspanning pas opkomt wanneer de regelversterker al functioneert.

Beveiliging tegen de gevolgen van kortsluiting van de uitgang

Bestandheid tegen kortsluiting is bij voedingsapparaten — vooral bij die voor experimentele doeleinden — een waardevolle eigenschap. Het is gelukt, aan de in dit artikel beschreven gelijkspanningsbron deze eigenschap te geven door toevoeging van slechts één transistor, één diode en enkele weerstanden.

Zolang de uitgang kortgesloten is, bestaan er twee gevaren:

1) Onder deze omstandigheid kan de spanning tussen katode en stuurrooster van de EL 34 hoger dan 20 V worden, zodat de voor de transistor Tr_1 toelaatbare waarde zou worden overschreden.
2) De gelijkstroom wordt zo groot dat verscheidene onderdelen overbelast raken.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Beide gevaren worden afgewend door de *P-N-P*-transistor Tr_4 (type OC 71) in combinatie met de weerstand R_4 in de schakeling van *fig. 10*. De emissor van Tr_4 heeft ten opzichte van de plusklem een vaste spanning van +5 V, betrokken van een spanningsdeler over de gestabiliseerde hulpspanningsbron van +80 V; de collector van Tr_4 wordt over een weerstand gevoed vanuit het punt met de gestabiliseerde spanning van —150 V. Men kan T_1 zien als

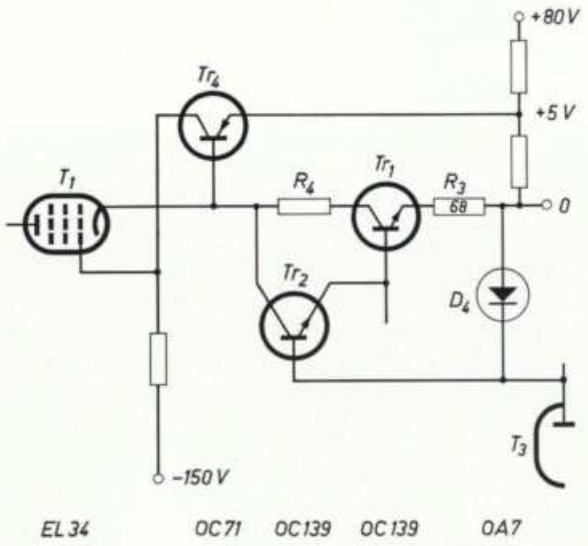


Fig. 10. Schakeling ter beveiliging tegen de gevolgen van kortsluiting.

Betekenis van T_1, Tr_1, R_3 en Tr_2 als in fig. 7. Doordat het stuurrooster van T_1 nu aan een punt van lagere potentiaal ligt dan voorheen, bestaat niet langer het gevaar dat Tr_1 onder uitzonderlijke omstandigheden meer dan 20 V te verduren zou krijgen. Transistor Tr_4 is te beschouwen als een regelversterker die de katode van T_1 op een vaste spanning ten opzichte van de plusklem tracht te houden, gelijk aan de referentiespanning van 5 V. Over $R_4 + Tr_1 + R_3$ staat derhalve een spanning van ca. 5 V, zodat de stroom naar boven begrensd wordt tot 5 V/($R_3 + R_4$) ohm. Door $R_4 = 650$ ohm te kiezen, beperkt men de kortsluitstroom tot ca. 7 mA.

Germaniumdiode D_4 — normaal stroomloos — belet dat bij opheffen van een kortsluiting de basis van Tr_2 tijdelijk een te hoge negatieve spanning zou aannemen.

de seriebuis en Tr_4 als de regelversterker van een primitief regel-p.s.a. met een referentiespanning van 5 V, dat ernaar streeft, de katode van T_1 op een spanning van 5 V ten opzichte van de plusklem te houden. Doordat het stuurrooster van T_1 niet meer is verbonden met de emissor van Tr_1, maar met een punt van lagere potentiaal (de collector van Tr_4), kan nu de spanning tussen stuurrooster en katode gerust meer dan 20 V worden zonder dat Tr_1 gevaar loopt. Tr_4 is een transistor die een collectorspanning van 30 V mag hebben.

Daar Tr_4 de katode van T_1 op een spanning van ca. 5 V houdt, staat deze spanning over de serieschakeling van R_4, Tr_1 en R_3. De stroom door deze keten kan dus niet groter worden dan 5 V/(R_4+R_3) (wèl kleiner, afhankelijk van de besturing van Tr_1). Door $R_4 = 650$ ohm te kiezen, beperkt men de genoemde stroom tot 5 V/(650+68) ohm = ca. 7 mA, en de kortsluitstroom kan deze ongevaarlijke waarde dus ook niet overschrijden. Door R_4 regelbaar te maken, krijgt men de mogelijkheid om de kortsluitstroom in te stellen.

Het bovenstaande geldt voor de stationaire kortsluittoestand. Zowel bij het ontstaan van de kortsluiting alsook bij het opheffen ervan doen zich overgangsverschijnselen voor, die voor bepaalde transistors gevaarlijk zouden kunnen zijn. Bij opheffing van de kortsluiting loopt de transistor Tr_2 gevaar. Dit kan op eenvoudige wijze worden voorkomen door tussen de basis van Tr_2 en de plusklem een diode D_4 (germaniumdiode type OA 7) aan te brengen, zie fig. 10. Diode D_4 is in de normale toestand stroomloos, maar wordt bij het opheffen van een kortsluiting even geleidend en belet aldus dat de spanning aan de basis van Tr_2 te sterk negatief zou worden.

De neiging van Tr_4 om de katode van T_1 op een vaste spanning (5 V) te houden, draagt ook nog tot de stabilisatie bij. Dit is dus nog een bijkomstig voordeel van de schakeling.

Resultaten

Metingen zijn gedaan bij de volgende belastingstoestanden:

2000 V - 0 mA, 2000 V - 5 mA,
400 V - 0 mA, 400 V - 5 mA.

Stabilisatie tegen netspanningsschommelingen. Verhoging of verlaging van de netspanning met 10% gaf bij bovengenoemde instellingen en met verschillende exemplaren E 80 CC (T_2-T_3) een verandering in de uitgangsspanning die uiteenliep van 0,008 tot 0,002%. De onderlinge verschillen zijn voornamelijk toe te schrijven aan het verschil in invloed van gloeispanningsveranderingen bij de E 80 CC. Stabilisatie van de gloeispanning kan de genoemde verschillen terugbrengen tot ca. 0,001%. Zou men dan bovendien nog een betere stabilisatie van de hulpspanningen (+80 en —150 V) toepassen, dan zouden de uitgangsvariaties uiteindelijk alleen via de nog ongestabiliseerde hoogspanning worden veroorzaakt; in dat geval worden de variaties kleiner dan 1 op 10^6.

Regulatie. 0,5 mA verandering in de afgenomen stroom geeft in de uitgangsspanning een verandering van 0,005%.

Brom en rimpel. Zowel bij geaarde plus- als bij geaarde minklem was met alle instellingen de brom + rimpel kleiner dan 2 mV top-top (0,0005% van de uitgangsspanning indien deze 400 V bedraagt).

Verloop over lange termijn. Nadat het appa-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

raat één uur lang ingeschakeld was geweest, verliep gedurende een tijd van vele uren de uitgangsspanning minder dan 0,01%. De omgevingstemperatuur was daarbij binnen enkele °C constant.

Toen het apparaat, na uitgeschakeld te zijn geweest, weer werd ingeschakeld, kwam na enige tijd de uitgangsspanning binnen 0,01% van de oorspronkelijke waarde terug. De grootte van deze afwijking wordt in hoofdzaak bepaald door de kwaliteit van de buis E 80 CC en van de weerstanden in de spanningsdeler R_1-R_2. Een grens van 0,1% is zeker te garanderen.

Samenvatting. Beschrijving van een gelijkspanningsbron voor 400-2000 V en 0-5 mA welke aan zeer hoge eisen voldoet: bij 10% verandering in de netspanning of in de afgenomen stroom maximaal 0,01% verandering in de gelijkspanning; brom + rimpel (top-top) maximaal $10^{-5}\times$ de ingestelde gelijkspanning; verloop in de spanning maximaal 0,1%. Wordt voor de seriebuis een pentode EL 34 gekozen, dan is voor het voldoen aan de eisen meer versterking nodig dan verenigbaar is met de wens dat het regelsysteem vrij van doorschot is. Een zeer gunstige oplossing is gevonden door de EL 34 uit te breiden tot een cascode door toevoeging van een *N-P-N*-transistor OC 139: de effectieve versterkingsfactor van de cascode is groter dan 10^5. De regelversterker bestuurt deze transistor via een tweede transistor OC 139. In een hulp-p.s.a., dat twee gestabiliseerde hulpgelijkspanningen levert, wordt als anodeweerstand een derde transistor (OC 171) gebruikt, die een hoge differentiaal- en een lage gelijkstroomweerstand heeft. Een vierde transistor (OC 71) maakt het apparaat bestand tegen kortsluiting.

EEN PRECISIESLIJPMACHIENTJE VOOR DIFFUSIE-ONDERZOEK MET RADIOACTIEVE ISOTOPEN

621.925

Om de diffusie van een of ander element in een vaste stof te onderzoeken, gaat men veelal als volgt te werk. Het element wordt aangebracht op een plakje van het bewuste materiaal — het monster —, waarna dit gedurende enige tijd in een oven op een bepaalde temperatuur wordt gehouden. Om een indruk te geven van de orde van grootte van de verschillende grootheden, nemen we als voorbeeld de resultaten van een experiment over de diffusie van mangaan in galliumarsenide, waarbij de diffusie gedurende 18 uur bij 900 °C plaatsvond. Na afloop van de proef vertoonde de mangaanconcentratie c_{Mn} als functie van de indringdiepte x het in *fig. 1* geschetste verloop. Hoe men hieruit de grootheden die men wil kennen — b.v. de diffusieconstante — afleidt, wordt in dit artikel niet besproken [1]).

Het probleem is, hoe het concentratieverloop te bepalen. Men kan hiertoe dunne lagen van het monster verwijderen door etsen, slijpen of draaien, en de concentraties van het diffunderende element in de opeenvolgende lagen bepalen. Een chemische bepaling van deze concentraties is tijdrovend en bovendien dikwijls niet nauwkeurig genoeg. Voor onderzoek van zelfdiffusie is deze methode zelfs principieel onbruikbaar. Daarom maakt men liever gebruik van een radioactief isotoop van het element — als er tenminste een geschikt radioactief isotoop bestaat. Men kan het concentratieverloop op twee manieren bepalen, nl. door telkens na de verwijdering van een laag de radioactiviteit van het monster te meten, of door de radioactiviteit van het verwijderde laagje te meten. De laatstgenoemde methode is de nauwkeurigste van de twee, en in het geval van metalen is deze ook gemakkelijk toe te passen. Men draait dan de laagjes af met een precisiedraaibank en verzamelt de spaan. Voor harde, brosse materialen moet men echter op afslijpen overgaan. Er moeten dan bijzondere voorzieningen worden aangebracht om het verwijderde materiaal volledig te verzamelen. Voor het gemak meet men in zo'n geval dikwijls toch aan het monster; men moet dan genoegen nemen met een geringere nauwkeurigheid.

De radioactiviteit waarmee men bij dergelijke experimenten te maken heeft, is altijd zo gering dat

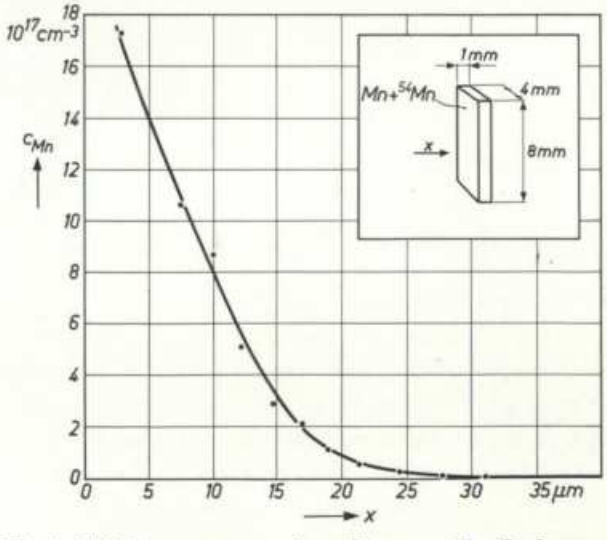


Fig. 1. Diffusie van mangaan in galliumarsenide. De kromme geeft de mangaanconcentratie c_{Mn} (in atomen per cm^3) als functie van de indringdiepte x. In het schetsje zijn de afmetingen van het monster aangegeven. De pijl hierbij duidt de diffusierichting aan. Het mangaan, dat een geringe fractie (ruim 1‰) van het radioactieve isotoop ^{54}Mn bevat, wordt op het monster aangebracht door een zijvlak te bevochtigen met een oplossing van Mn^*Cl_2 en dit te laten indampen. (Mn* betekent: mengsel van normaal en radioactief Mn.)

[1]) Zie hiervoor b.v. P. G. Shewmon, Diffusion in solids, McGraw-Hill, New York 1963, of M. François, Diffusie in vaste stoffen, Revue M.B.L.E. **5**, 208-237, 1962 (no. 3).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

er geen veiligheidsmaatregelen, zoals afscherming met lood, nodig zijn.

In de literatuur zijn enige precisieslijpmachines beschreven die speciaal voor diffusie-onderzoek zijn ontwikkeld, en waarbij het afgeslepen materiaal dan ook volledig kan worden verzameld [2]). Ook wij hebben een dergelijke slijpmachine geconstrueerd (*fig. 2*). Deze voldoet zeer goed aan de verwachtingen.

In de schets (*fig. 3*) ziet men dat de machine een horizontale slijptafel G bevat. Het monster S rust op een messingfoelie F van 0,1 mm dikte, die op het bovenvlak van de slijptafel wordt vastgezogen. De slijptafel is daartoe aan zijn bovenzijde voorzien van concentrische groeven, die door radiale groeven zijn verbonden met een boring in het hart van de schijf. In fig. 3 is te zien hoe deze boring uiteindelijk met een vacuümleiding V_1 is verbonden. De as A_G, waarom de slijptafel kan draaien, is 30 mm excentrisch bevestigd in de tussenschijf E, welke kan draaien om de as A_E. Als de tussenschijf roteert — gedreven door het rondsel P —, rolt de slijptafel af langs de binnenzijde van het huis I en voert dus een zg. planeetbeweging uit. Slijptafel en huis zijn hiertoe van tandkransen voorzien, het huis natuurlijk inwendig. De verkregen rollende beweging van de slijptafel bewerkt een gelijkmatige afslijping. De steekcirkels van de tandkransen van slijptafel en huis verhouden zich als 5 : 8; de tussenschijf maakt dus vijf en de slijptafel acht omwentelingen alvorens de laatstgenoemde in precies dezelfde stand terugkeert. De onderdelen U, I, E en G zijn van perlitisch gietijzer.

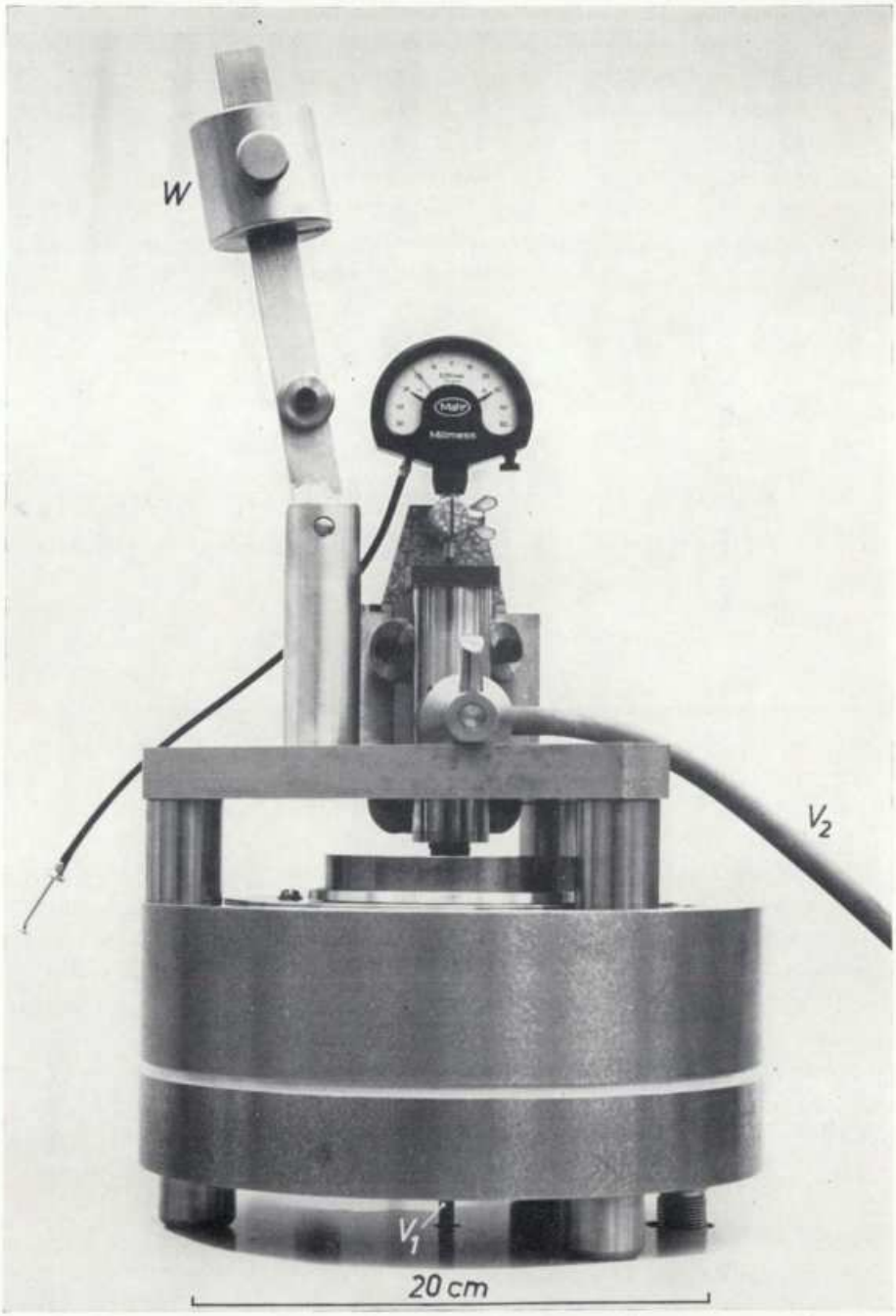


Fig. 2. Het precisieslijpmachientje voor het onderzoek van diffusie in vaste stoffen.

Het monster is met een randje was bevestigd onder tegen het draagschijfje D, dat door middel van vacuüm tegen de verticaal opgestelde houder H wordt vastgezogen. D en H zijn van niet-roestend chroomstaal gemaakt. De vacuümslang V_2 is in fig. 2 zichtbaar. De houder wordt tegen de kogellegers K (in totaal vier stuks) gedrukt door de veer V en

[2]) W. C. Dunlap, Jr., Diffusion of impurities in germanium, Phys. Rev. **94**, 1531-1540, 1954, speciaal blz. 1534 en 1536. H. Letaw, Jr., L. M. Slifkin en W. M. Portnoy, A precision grinding machine for diffusion studies, Rev. sci. Instr. **25**, 865-868, 1954. B. Goldstein, Precision lapping device, Rev. sci. Instr. **28**, 289-290, 1957. H. W. Schamp, Jr., D. A. Oakes en N. M. Reed, Grinder for sectioning solid diffusion specimens, Rev. sci. Instr. **30**, 1028-1031, 1959.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

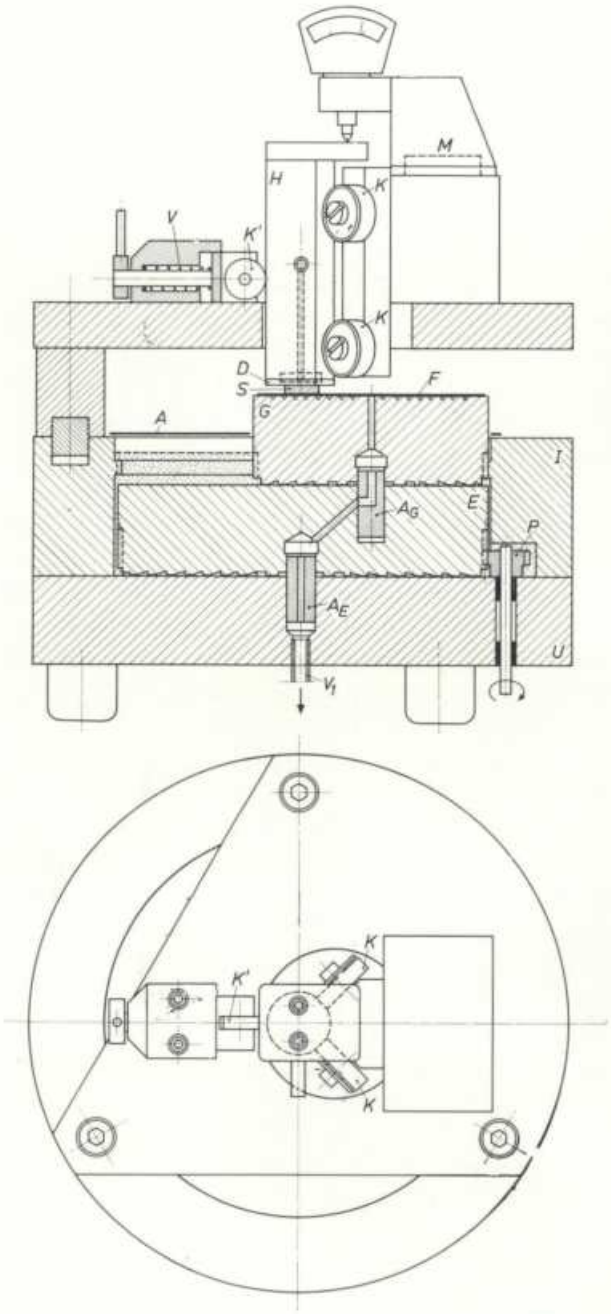


Fig. 3. Schets van de in fig. 2 afgebeelde slijpmachine.

een vijfde kogelleger K'. Daardoor is de houder met weinig wrijving in verticale richting beweegbaar en kan hij bovendien gemakkelijk in zijn geheel uit de machine worden genomen, nl. door het leger K', tegen de werking van veer V in, naar buiten te trekken. Het eigen gewicht van de houder (ca. 600 g) is meestal voldoende om het monster tegen de slijptafel te drukken. Er is nog een arm met schuifgewicht W aangebracht (fig. 2), die met een rol op de houder kan worden gelegd om de aandrukkracht te vergroten. Tot nu toe is dit echter niet nodig geweest. In fig. 3 is deze arm niet getekend.

Voor het begin van een afslijping wordt de slijpplaat voorzien van een nieuwe messingfoelie F. Op deze foelie brengt men het slijpmiddel aan. Bij het slijpen verdeelt zich het slijpmiddel over een ringvormige baan van de foelie (*fig. 4*). Hier blijft ook het afgeslepen materiaal achter, behalve een klein gedeelte dat aan het monster kleeft. Dit gedeelte wordt verzameld in de watjes waarmee het monster wordt gereinigd. Deze watjes en de messingfoelie bevatten samen dus al het afgeslepen materiaal. Als slijpmiddel gebruiken we diamantpoeder met korrelgrootten van 2-4, 4-7, 10-15 of 20-40 μm; hoe dikker de af te slijpen laag, des te grover het slijppoeder.

Gedurende het slijpen kan de diktevermindering van het monster globaal worden gevolgd met een meetklokje dat op de houder H rust (fig. 2 en 3). Om het klokje gemakkelijk te kunnen verwijderen — wat nodig is als de houder H uit de machine wordt genomen —, is het klokje bevestigd door middel van de permanente magneet M (fig. 3).

De nauwkeurige bepaling van de dikte van de afgeslepen laag geschiedt door het monster en het draagschijfje D vóór en na een afslijping samen te wegen, of ook wel door de dikte van monster en schijfje samen vóór en na een afslijping met een precisiemeetklokje te meten. Dat het niet nodig is het monster voor iedere meting los te maken van D, is een groot voordeel, in verband met de successieve afslijping van vele laagjes. Het schijfje D weegt ca. 20 g, het monster ongeveer 1 g of minder. Het gezamenlijke gewicht van schijfje en monster is derhalve niet te groot om dit met een precisiebalans te bepalen. Als de te slijpen oppervlakte van het monster slechts gering is (minder dan ca. 0,5 cm^2), is het nauwkeuriger op diktemeting over te gaan.

De concentratie van het diffunderende element in het afgeslepen materiaal bepaalt men het gemakkelijkst door meting van gammastraling. Bij de meeste

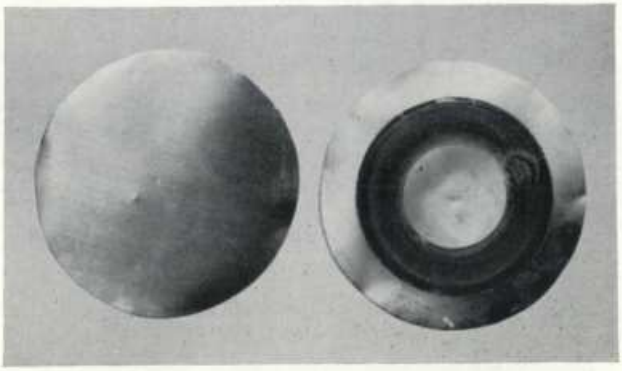


Fig. 4. Messingfoelies van 0,1 mm dikte, die op de slijptafel van de slijpmachine worden vastgezogen. Links een nieuw, rechts een gebruikt exemplaar. Op het rechter exemplaar ziet men duidelijk waar het monster het laatst met de foelie in contact is geweest.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

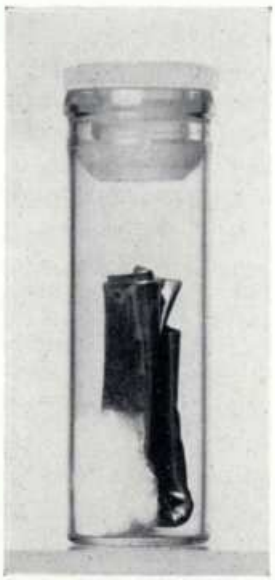


Fig. 5. Een flesje met opgevouwen messingfoelie met radioactief slijpsel en de voor het schoonmaken van het monster gebruikte watjes, gereed om in de scintillatieteller te worden geplaatst.

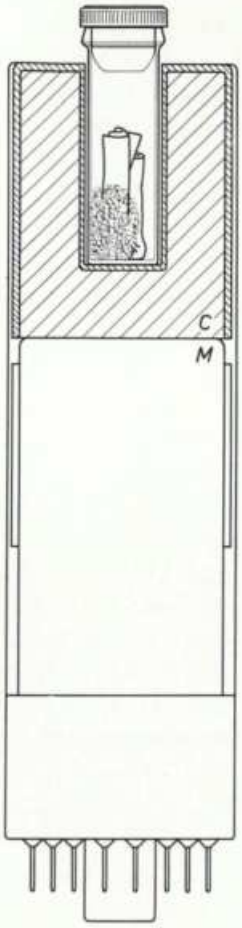


Fig. 6. Voor het meten van de gammastraling wordt het in fig. 5 afgebeelde flesje in een uitsparing van een groot scintillatiekristal C geplaatst, dat een aanzienlijk deel van de straling opvangt en dat op een fotomultiplicatorbuis M is gemonteerd.

Fig. 6

niet-stabiele atoomkernen gaat het radioactieve verval gepaard met het uitzenden van gammastralen, zodat de genoemde methode meestal kan worden gevolg. Voor deze meting wordt de messingfoelie opgevouwen — met het radioactieve slijpsel naar binnen — en, samen met de watjes waarmee het monster is gereinigd, in een glazen flesje van b.v. 16 mm diameter en 50 mm hoogte gedaan (*fig. 5*). De gammastraling wordt gemeten met een scintillatiekristal van NaI (Tl) (natriumjodide met 0,1% thallium), dat een gat bevat waarin het flesje past (*fig. 6*). We gebruiken een in de handel verkrijgbare combinatie van kristal en fotomultiplicator voor het tellen der scintillaties. Deze manier van tellen is goed reproduceerbaar doordat de gammastralen slechts in geringe mate door het messing en het flesje worden geabsorbeerd, terwijl het kristal het flesje zo goed omsluit dat een aanzienlijk gedeelte van de straling in het kristal wordt gevangen (meestal tussen 20 en 70%, afhankelijk van de energie van de gammaquanta). Als men bètastraling wil meten, moet — wegens de sterke absorptie — het preparaat zeer zorgvuldig worden bereid. Gewoonlijk is het nodig de messingfoelie op te lossen en het radioactieve materiaal chemisch af te scheiden. Voor de eigenlijke meting kan men dan volstaan met een geigerteller, die veel minder kostbaar is dan de apparatuur die nodig is voor het meten van gammastraling.

De dikten van de af te slijpen laagjes lopen uiteen van enkele microns tot enige honderden microns. Een dikte waarmee we graag werken is ca. 20 μm. Uit het in fig. 1 gegeven voorbeeld, dat metingen betreft die met de hier beschreven apparatuur zijn verkregen, blijkt echter dat we ook bij laagdikten van enkele microns goede resultaten krijgen.

Hoe dunner de laagjes, van des te meer belang is het dat ieder laagje een uniforme dikte heeft, d.w.z. dat het niet scheef wordt afgeslepen. Daarom moet de onderplaat U van de machine zeer goed vlak zijn en worden er hoge eisen gesteld aan de vlakheid en de planparallelliteit van de slijpplaat G en de tussenschijf E. Het draagschijfje D en het monster kunnen op de machine zelf planparallel en vlak worden geslepen. Wat het monster betreft, moet dit natuurlijk gebeuren voordat de diffusie plaatsvindt. Bij de bevestiging met was van het monster, moet er zorg voor worden gedragen dat er geen was tussen monster en draagschijfje komt.

Ten slotte is het van belang dat de oliefilms tussen U en E en tussen E en G planparallel zijn. We hebben goede resultaten verkregen door dunne olie te gebruiken en de slijpplaat en de tussenschijf aan hun onderzijden elk te voorzien van een spiraalgroef, die de olie naar binnen pompt als de machine draait [3]). In deze onderzijden zijn tevens radiale groeven aangebracht, waardoor de olie terugvloeit en aldus circuleert. Het huis I is tot aan de horizontale streeplijn met olie gevuld (fig. 3). Om te voorkomen dat er stof in de olie valt, is de afdekplaat A aangebracht, die een uitsparing voor de slijptafel bevat. Als de machine stilstaat, zou de olie geheel worden weggeperst. Om dit tegen te gaan, gebruiken we olie die goed aan het metaal hecht, namelijk een olie die wordt gebruikt om het bed van schaafbanken te smeren.

Het is gebleken dat het monster bij de achtereenvolgende afslijpingen vlak en planparallel blijft met een nauwkeurigheid beter dan 1 μm, waarschijnlijk zelfs aanzienlijk beter, maar dit is zeer moeilijk ondubbelzinnig vast te stellen. Met een toerental van de tussenschijf van 25 omwentelingen per minuut ligt de tijd per afslijping tussen een minuut en een half uur, afhankelijk van de dikte die men wil afslijpen, het materiaal van het monster en het gebruikte diamantpoeder.

L. M. L. J. LEBLANS *),
M. L. VERHEIJKE *).

[3]) Over dit soort légering verschijnt in dit tijdschrift binnenkort een artikel van E. A. Muijderman.

*) Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

INHOMOGENITEITEN IN GEDOTEERDE GERMANIUM- EN SILICIUMKRISTALLEN

door J. A. M. DIKHOFF *).

548.4:546.28

In wetenschap en techniek stelt men aan de kwaliteit van gedoteerd germanium en silicium steeds hogere eisen. Dit heeft er toe geleid dat men onderzoek is gaan doen omtrent aard en ontstaanswijze van inhomogeniteiten waarvan de aanwezigheid bij routinemetingen aan complete kristallen meestal niet geconstateerd wordt. In onderstaand artikel vindt men een schets van de hoofdzaken van de huidige kennis op dit gebied, verlucht met een aantal foto's. De meeste hiervan tonen de in diverse gevallen optredende zg. groeistrepenpatronen, welke dikwijls duidelijk demonstreren wat er bij de groei van het kristal is gebeurd.

Inleiding

De techniek van het maken van staafvormige germanium- en siliciumkristallen waarin een bepaalde gewenste verontreiniging („dope") voorkomt en die men gebruikt voor de produktie van transistors en andere halfgeleidende schakelingselementen, heeft de laatste jaren een hoge graad van perfectie bereikt. Men is thans in staat dergelijke, zg. gedoteerde, kristallen te maken waarin de concentratie van de verontreiniging de waarde heeft die men wenst, en waarin bovendien deze concentratie in het geheel geen systematisch verloop vertoont [1]). Men controleert dit laatste gewoonlijk door middel van metingen van de soortelijke weerstand ϱ. Een voorbeeld van het resultaat van een dergelijke meting vindt men in *fig. 1*. Hierin is de waarde van ϱ uitgezet als functie van de plaatscoördinaat x, dat is de in de lengterichting van de staaf gemeten afstand tot één der uiteinden.

Gebleken is dat ook staven die een zeer fraai ϱ,x-diagram opleveren, toch nog aanmerkelijke inhomogeniteiten kunnen vertonen, zelfs zo dat ze voor het beoogde doel onbruikbaar zijn. Als voorbeeld geven we in *fig. 2* het verloop van ϱ langs een middellijn van een dwarsdoorsnede van een met antimoon gedoteerd staafvormig germaniumkristal.

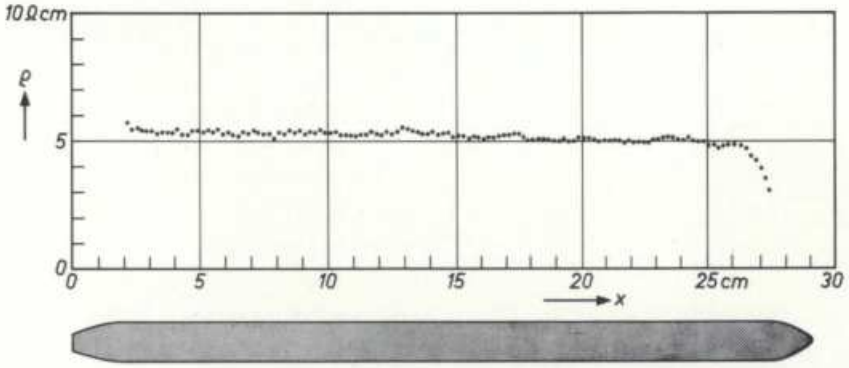


Fig. 1. Men is tegenwoordig in staat gedoteerde staafvormige germanium- en siliciumkristallen te maken waarvan de soortelijke weerstand ϱ in axiale richting niet systematisch verandert en slechts geringe fluctuaties vertoont. De grafiek toont metingen aan een met indium gedoteerd germaniumkristal.

In verband met de grote schade die het optreden van inhomogeniteiten de fabrikant van transistors kan berokkenen, zijn wij enige jaren geleden een onderzoek begonnen naar de aard en de wijze van ontstaan ervan. We willen in dit artikel drie van de belangrijkste soorten inhomogeniteiten de

Fig. 2. Het verloop van de soortelijke weerstand ϱ langs een middellijn van een dwarsdoorsnede van een met antimoon gedoteerd, inhomogeen, germaniumkristal.

*) Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.

[1]) Zie b.v. J. Goorissen, Philips techn. T. **21**, 189-199, 1959, of hoofdstuk 6 (door B. Okkerse) van Handbook of semiconductor electronics, 2de druk (redactie: L. P. Hunter), McGraw-Hill, New York 1962.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

revue laten passeren en kort aangeven hoe men, voor zover dat mogelijk is, het optreden ervan kan vermijden. Deze drie soorten zijn: 1) de groeistrepen (Engels: striations), 2) de kernen en 3) de uitscheidingen [2]).

Ter inleiding recapituleren we eerst enkele van de voornaamste begrippen uit de theorie van het stollen van binaire mengsels en schetsen we in het kort het maken van staafvormige kristallen volgens de zg. optrekmethode.

Het stollen van een binair mengsel

Om te kunnen beschrijven wat er bij het stollen van een binair mengsel aan het stolvlak gebeurt, gaan we uit van het fazediagram (*fig. 3*). In dit

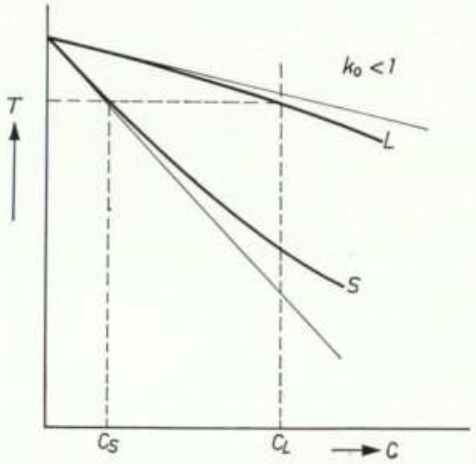


Fig. 3. Deel van het fazediagram van een binair stelsel. Bij zekere temperatuur T zijn de evenwichtsconcentraties C_S en C_L van resp. de vaste stof en de vloeistof niet gelijk. Voor kleine concentraties mag men de curven S en L die het verband van C_S resp. C_L met T weergeven, benaderen door rechten. De verhouding C_S/C_L, de zg. verdelingsconstante k_0, hangt in dit gebied dus niet van de concentratie af. Wanneer, zoals in het getekende geval, C_S en C_L beide afnemen met toenemende concentratie, is $k_0 < 1$.

diagram ziet men hoe het stolpunt van een vloeibare oplossing (curve L) en het smeltpunt van een vaste oplossing (curve S) variëren met de concentratie. De voor een zekere temperatuur geldende absciswaarden van beide curven geven de concentraties C_S en C_L aan waarbij vaste stof en vloeistof met elkaar in evenwicht zijn. Zoals men ziet, zijn C_S en C_L ongelijk.

Voor kleine C_S en C_L mag men de curven S en L benaderen door rechten en is het quotiënt C_S/C_L gelijk aan de constante k_0, de zg. verdelingsconstante. Bij de oplossingen waarover het in dit artikel zal gaan, wijkt de waarde van k_0 doorgaans sterk af van één; voor een oplossing van indium in germanium b.v. is k_0 ongeveer 0,001.

Laat men een smelt, concentratie C, die zich in een lange smalle schuit bevindt, van één eind af langzaam stollen, dan is in het allereerste stolsel de concentratie gelijk aan k_0C en derhalve veel kleiner dan in de vloeistof. Uit het volume waarin stolling plaatsvond, is dus een groot deel van de verontreiniging verdreven. In het extreme geval dat de verdreven stof door sterke roering ogenblikkelijk gelijkmatig door de vloeistof verdeeld wordt, blijft het bovenstaande gelden als de stolling verder voortschrijdt — met dien verstande dat C ten gevolge van het uitdrijfproces geleidelijk groter wordt.

In werkelijkheid komt een zo grondige roering als zojuist verondersteld werd, niet voor. Altijd is er voor het stolvlak een laagje vloeistof waarin het transport van de uitgedreven stof alleen kan plaatsvinden door diffusie. Aan het stolvlak is de concentratie dus hoger dan buiten deze „diffusielaag". Dit heeft tot gevolg dat de concentratie C_S in de gestolde stof eveneens hoger is dan bij perfecte roering het geval zou zijn. Het quotiënt k van C_S en de concentratie C van de vloeistof buiten de diffusielaag is hier groter dan k_0. Men noemt k de segregatiecoëfficiënt. De waarde ervan wordt bepaald door de dikte van de diffusielaag — d.w.z. door de mate waarin geroerd wordt — en door de snelheid waarmee het stolvlak zich beweegt; naarmate deze snelheid groter is, vindt er voor het stolvlak een sterkere opeenhoping plaats en zal k dus groter zijn. In het volgende zal de afhankelijkheid van k van de groeisnelheid en van de mate van roering herhaalde malen ter sprake komen.

De optrekmethode

Staafvormige germaniumkristallen maakt men gewoonlijk volgens de methode van Czochralski, beter bekend onder de naam optrekmethode [1]). Hierbij wordt een entkristal dat zich aan het ondereinde van een roterende as bevindt, neergelaten tot het juist het oppervlak van een hoeveelheid gesmolten materiaal raakt. Vervolgens wordt de warmtetoevoer aan de smelt wat verminderd en laat men het entkristal weer langzaam omhoog gaan. Aan de ent groeit dan een monokristal. De waarde van de segregatiecoëfficiënt k wordt hier, behalve door k_0, bepaald door de treksnelheid f en het toerental ω van de as die de ent draagt; laatstgenoemde grootheid bepaalt — samen met de kinematische viscositeit van de vloeistof en de diffusieconstante van de desbetreffende verontreiniging — de dikte van de diffusielaag.

[2]) Een deel van de resultaten van dit onderzoek, speciaal met betrekking tot de kernen, is reeds eerder gepubliceerd in: J. A. M. Dikhoff, Solid-state electronics **1**, 202, 1960, alwaar men ook meer publikaties omtrent oudere onderzoekingen vindt aangehaald.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Groeistrepen

In 1953 vond men [3]) bij een onderzoek omtrent de wijze waarop de segregatiecoëfficiënt k afhangt van de wijze van optrekken, dat germaniumkristallen die bij het optrekken zeer langzaam gedraaid werden (b.v. 4 omw/min) in de lengterichting periodieke concentratieveranderingen vertoonden. Men onderzocht het concentratieverloop door te werken met radioactieve verontreinigingen; zodra een kristal opgetrokken was, werd het in de lengterichting doorgezaagd en maakte men een autoradiogram van het snijvlak. Bij kristallen die langzaam gedraaid waren, vertoonden de autoradiogrammen dwarse strepen; snel gedraaide kristallen vertoonden geen strepen.

Nadien is gebleken dat ook kristallen die bij het optrekken snel gedraaid worden, dergelijke strepen, zg. groeistrepen, vertonen. Deze liggen echter zo dicht bij elkaar dat ze in een autoradiogram niet gescheiden worden waargenomen. Nog minder is te verwachten dat men deze groeistrepen zou vinden bij een routinemeting van de soortelijke weerstand ϱ. Een variatie van ϱ als in fig. 2 wordt gevonden bij een ander soort inhomogeniteit. Het bestaan van dicht bij elkaar liggende groeistrepen kan men slechts aantonen met methodes die een groot scheidend vermogen hebben.

Eén van de voornaamste van deze methodes is die van het pulserend verkoperen [4]). Hierbij wordt het staafvormige kristal eveneens doorgesneden en wordt het snijvlak in een oplossing van een Cu-zout gedoopt. Vervolgens laat men een stroom door de oplossing gaan, waarbij het kristal als negatieve elektrode fungeert. Daar de zones met verschillende concentratie ook een verschillend geleidingsvermogen hebben, slaat op de goed geleidende meer koper neer dan op de andere. De stroom wordt periodiek onderbroken, om te voorkomen dat het optreden van het beoogde effect wordt verstoord door plaatselijke uitputting van de vloeistof; deze kan nu in de stroomloze periodes weer teniet gedaan worden door diffusie. Een aldus behandeld kristal vindt men afgebeeld in *fig. 4*. Met de methode van pulserend verkoperen kan men zeer kleine concentratieverschillen aantonen; het scheidend vermogen is zo groot dat men bij een onderlinge afstand van 10 μm de groeistrepen nog goed kan onderscheiden.

Het is ook mogelijk de groeistrepen zichtbaar te maken door de spanningsbron andersom aan te

Fig. 4. In de langsrichting doorgesneden kristal met groeistrepen die zichtbaar gemaakt zijn door pulserend verkoperen. (Groeirichting verticaal van boven naar beneden; dit geldt ook voor alle andere gereproduceerde langsdoorsneden.)

sluiten; van de beter geleidende zones gaat dan meer materiaal in oplossing dan van de andere, zodat er in het kristaloppervlak groeven ontstaan.

Bij sterk gedoteerde kristallen kunnen de groeistrepen reeds zichtbaar gemaakt worden door etsen (b.v. in een mengsel van HF, HNO_3 en alcohol). Hierbij is het scheidend vermogen nog beter, en wel ongeveer 1 μm; zie *fig. 5*.

Twee andere methodes die eveneens een groot

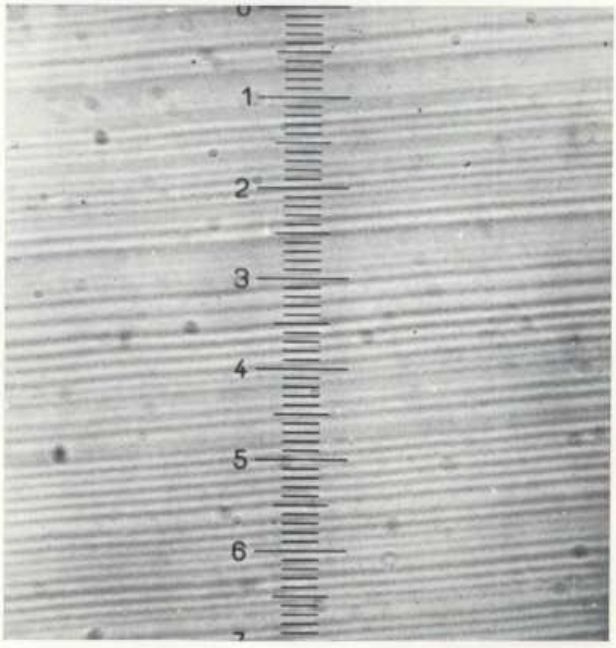


Fig. 5. Detail van opname van groeistrepen in sterk met gallium gedoteerd germanium die zichtbaar gemaakt zijn door etsen. De onderlinge afstand bedraagt slechts 2 μm (vergroting 600×).

[3]) J. A. Burton, E. D. Kolb, W. P. Slichter en J. D. Struthers, J. chem. Phys. **21**, 1991, 1953.

[4]) Zie P. R. Camp, J. appl. Phys. **25**, 459, 1954. De methode is voor germanium van type N nader uitgewerkt en gemodificeerd door J. Bloem (niet gepubliceerd).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

scheidend vermogen hebben, berusten op een geraffineerd gebruik van bepaalde aspecten van de diffractie van röntgenstralen. De ene berust op gebruik van de zg. anomale transmissie [5]), de andere is die welke bekend staat als de methode van Lang [6]). Een fraai voorbeeld van een opname volgens de laatste methode vindt men in *fig. 6*.

Het feit dat men de zeer fijne groeistrepen die in snel gedraaide kristallen voorkomen, kan aantonen met pulserend verkoperen, is een sterke aanwijzing dat ook déze groeistrepen corresponderen met zones van afwijkende concentratie. Een tweede argument hiervoor is dat men de groeistrepen tot verdwijnen kan brengen door het kristal een zekere tijd op hoge

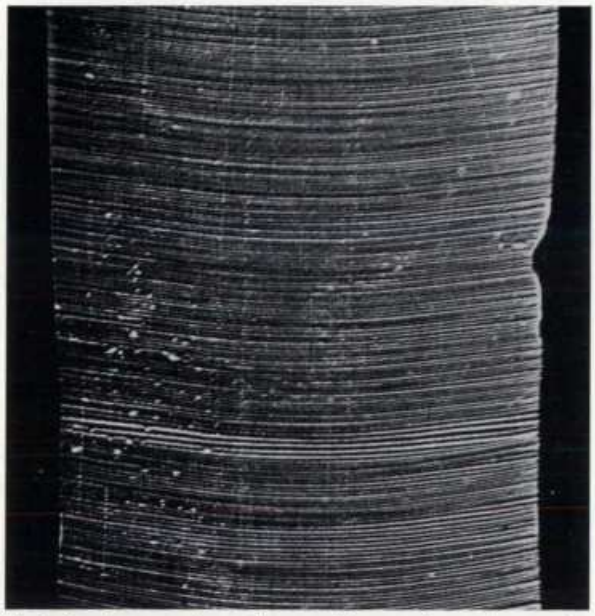


Fig. 6. Groeistrepen in sterk met gallium gedoteerd germaniumkristal (10^{20} atomen/cm^3), volgens de methode van Lang [6]) zichtbaar gemaakt met röntgenstraling. (Opgenomen door A. E. Jenkinson in het Mullardlaboratorium te Salfords, Engeland.)

temperatuur te houden. De tijd die daarvoor bij de diverse verontreinigingen nodig is, blijkt rechtstreeks samen te hangen met hun diffusiecoëfficiënt. Een derde argument kan ontleend worden aan het resultaat van de volgende proef. Men laat koper diffunderen in een germaniumkristal dat op zodanige wijze met antimoon is gedoteerd dat de Sb-concentratie in zekere richting lineair (althans monotoon) toeneemt met de plaatscoördinaat. Daar Cu gemakkelijk diffundeert, is het na korte tijd gelijkmatig verdeeld. Aan het ene uiteinde wordt het kristal door de overmaat Cu een geleider van type *P*, aan het andere uiteinde blijft het door de overmaat Sb een geleider van type *N*. Ter plaatse waar de overmaat Cu overgaat in een overmaat Sb verwacht men dus een *P-N*-overgang te vinden. In werkelijkheid vindt men echter een strook waarin een aantal *P-N*-overgangen ligt. Het concentratieverloop vertoont blijkbaar een rimpel (*fig. 7*). De onderlinge afstand van deze *P-N*-overgangen is juist gelijk aan die van de groeistrepen.

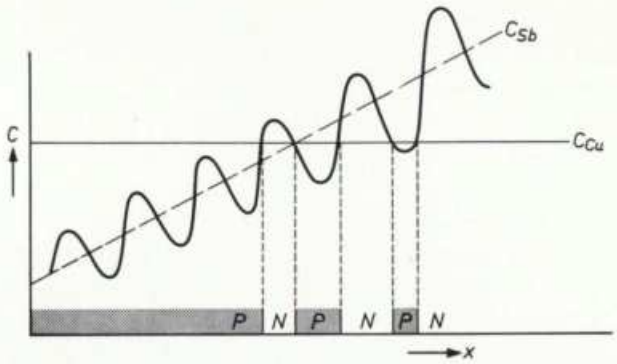


Fig. 7. Als men in een met Sb gedoteerd germaniumkristal dat zodanig gemaakt is dat de Sb-concentratie lineair met de plaatscoördinaat x toeneemt (streeplijn), gelijkmatig een hoeveelheid koper aanbrengt, vindt men op de plaats waar de overmaat koper overgaat in een overmaat antimoon (concentraties resp. C_{Cu} en C_{Sb}), niet één *P-N*-overgang maar een aantal op kleine onderlinge afstand. Dit bewijst dat het concentratieverloop van het antimoon een rimpel heeft. Uit de helling van de streeplijn en de breedte van het gebied waarin de *P-N*-overgangen liggen, kan de amplitude van die rimpel worden berekend.

Vorm en ontstaan van groeistrepen

Wanneer men een opgetrokken kristal niet doorzaagt in de lengterichting maar loodrecht daarop, dan vindt men één groeistreep, die het gehele vlak vult en die de vorm heeft van een spiraal (*fig. 8*).

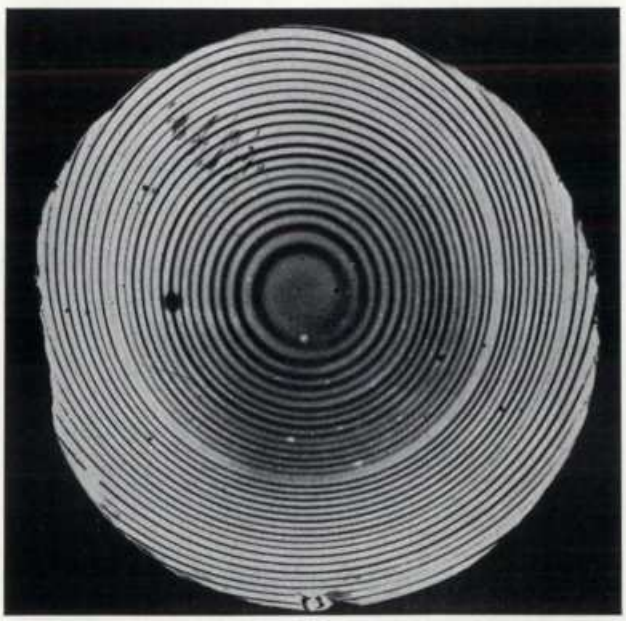


Fig. 8. Op een dwarse doorsnede van een opgetrokken kristal is er slechts één groeistreep. Deze heeft de vorm van een spiraal.

[5]) Zie b.v. B. Okkerse, Philips techn. T. **21**, 336-341, 1959.
[6]) Zie hiervoor b.v. A. E. Jenkinson, Philips techn. T. **23**, 192, 1961.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Dit betekent dat de strepen die men in een langsdoorsnede vindt (fig. 6), niet beschouwd moeten worden als de snijlijnen van het oppervlak met even zo vele afzonderlijke gekromde vlakken, maar als de snijlijn van het oppervlak met één schroefvormig vlak.

Het leidt geen twijfel dat de groeistrepen in een opgetrokken kristal meestal ontstaan door een instrumentele oorzaak. Reeds het feit dat de onderlinge afstand van de strepen precies gelijk is aan de afstand waarover het kristal per omwenteling groeit, wijst erop dat het ontstaan van de strepen samenhangt met de rotatie van het kristal tijdens het optrekken. Zowel dit laatste als de eigenschap dat de strepen snijlijnen zijn met een schroefvlak, kan men verklaren als een gevolg van de thermische asymmetrie waarmee nagenoeg iedere optrekinrichting behept is. Wat er ten gevolge van zo'n asymmetrie bij het optrekken gebeurt, kan men snel inzien aan de hand van *fig. 9*. Doordat de temperatuurverdeling in kristal en smelt niet symmetrisch is rondom de hartlijn van het kristal, groeit het kristal

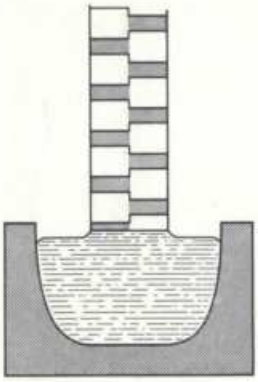


Fig. 9. Het schroefvlak dat het aanzijn geeft aan de groeistrepen, ontstaat doordat het kristal in het ene deel van de kroes harder groeit dan in het andere, maar tevens roteert. De grijze partijen stellen schematisch de langzaam gegroeide delen voor.

b.v. links harder dan rechts. Daar het kristal gedraaid wordt, passeert steeds een volgende sector de zone van snelle groei. Het kristal wordt dus een soort helix van materiaal dat snel gestold is, opgevuld met een helix van materiaal dat langzaam gestold is. Doordat de segregatiecoëfficiënt afhangt van de stolsnelheid (zie de inleiding) is de ene helix rijker aan verontreiniging dan de andere; die met de hoogste concentratie is identiek met het bovengenoemde schroefvlak.

Daar de genoemde thermische asymmetrie van een optrekinrichting nauwelijks te vermijden is, geldt hetzelfde voor het optreden van groeistrepen. Voor de fabricage van halfgeleidende schakelingselementen heeft dit geen nadelige consequenties; wanneer men werkt met een optrekinrichting die thermisch zo goed mogelijk symmetrisch is, zijn de variaties in de concentratie zo klein dat ze geen enkele rol spelen.

Hoewel de groeistrepen die men vindt wanneer een kristal in de lengterichting doorgesneden wordt, dus snijlijnen zijn met een schroefvlak, geven ze toch een goede indruk van de vorm van het stolvlak. Indien men het kristal precies zou doorsnijden volgens een vlak door de hartlijn van de helix, dan zou men in principe een patroon verkrijgen als geschetst in *fig. 10*. Ieder van de aan één kant van de hartlijn

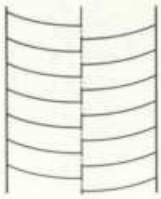


Fig. 10. Schets van de vorm die de groeistrepen theoretisch hebben in een langsdoorsnede door de as van het schroefvlak (vgl. fig. 9).

liggende strepen toont dan exact de vorm die het stolvlak op de desbetreffende plaats aan de snel groeiende zijde had. Opeenvolgende strepen tonen situaties die optreden met een verschil van één omwentelingstijd. De strepen aan de andere kant van de hartlijn kan men beschouwen als „opnamen" die steeds een halve periode later gemaakt zijn. De groeistrepen worden dan ook dankbaar gebruikt voor het bestuderen van de vorm van het stolvlak. In het volgende hoofdstuk zullen we daarvan voorbeelden ontmoeten.

„Fundamentele" groeistrepen

Behalve in kristallen die op de normale wijze zijn opgetrokken, treft men óók groeistrepen aan in kristallen die bij het optrekken niet gedraaid zijn [7]). Ook zijn ze gevonden in kristallen die gemaakt waren door horizontaal zonesmelten [8]). Hoewel men kan denken aan een mogelijk schoksgewijs functioneren van het trekmechaniek, is hier veel minder duidelijk door welke instrumentele oorzaak deze strepen zouden moeten zijn ontstaan. Soms ook vindt men tussen de „gewone" groeistrepen van een opgetrokken kristal nog een fijn strepenpatroon [7]). Vooral dit laatste doet de vraag rijzen of er misschien ook groeistrepen bestaan die de oorzaak van hun ontstaan vinden in een fundamentele eigenschap van het stolproces. Men zou zich b.v. kunnen voorstellen dat de afvoer van warmte en/of van de uitgedreven verontreiniging niet continu verloopt, maar het karakter heeft van een relaxatietrilling.

Tot nu toe heeft men de genoemde vraag niet met zekerheid kunnen beantwoorden. Een sterk argument voor het bestaan van „fundamentele" groeistrepen kan men putten uit het resultaat van door ons uitgevoerde proeven van het volgende type. Hierbij werd tijdens het optrekken de hoogfrequen-

[7]) H. C. Gatos e.a., J. appl. Phys. **32**, 2057, 1961.
[8]) H. Ueda, J. Phys. Soc. Japan **16**, 61, 1961.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

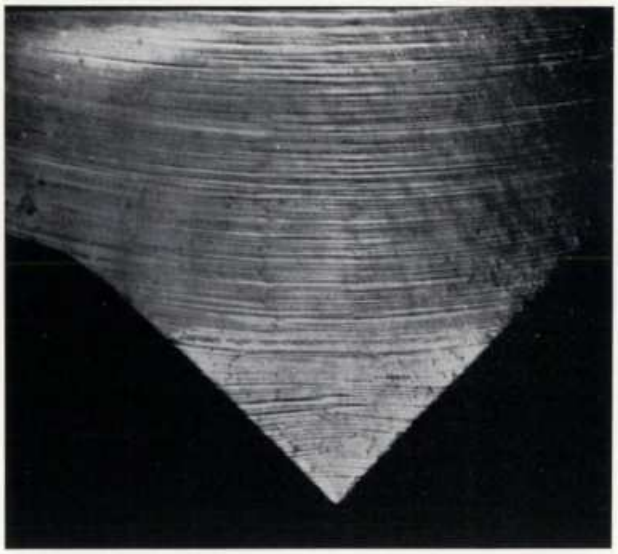


Fig. 11. Ook in een druppel die blijft hangen aan een kristal dat uit de smelt is getrokken (in de foto de door rechten begrensde punt), komen na stolling groeistrepen voor. Dit wijst erop dat groeistrepen ook kunnen ontstaan door andere dan instrumentele oorzaken („fundamentele" groeistrepen).

tiegenerator die de smelt verwarmt, uitgeschakeld en vervolgens, snel daarna, het draaien van het kristal gestopt en het optrekken gestaakt. Nadat aldus alle denkbare instrumentele oorzaken voor het ontstaan van groeistrepen geëlimineerd waren, werd snel het kristal uit de smelt getrokken en gewacht tot de druppel die eraan bleef hangen, gestold was. (Dit duurt ongeveer 15 s.) Het bleek bij deze proeven dat ook in deze gestolde druppels groeistrepen voorkomen. *Fig. 11* toont een voorbeeld hiervan.

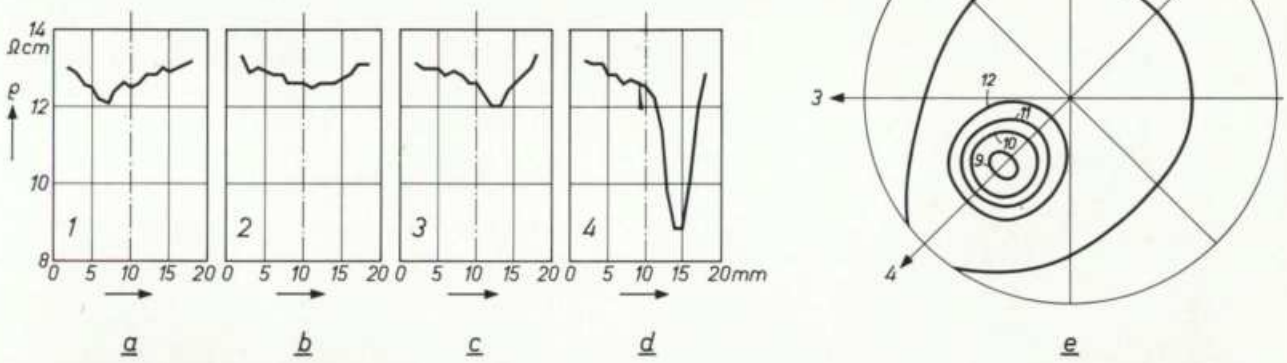
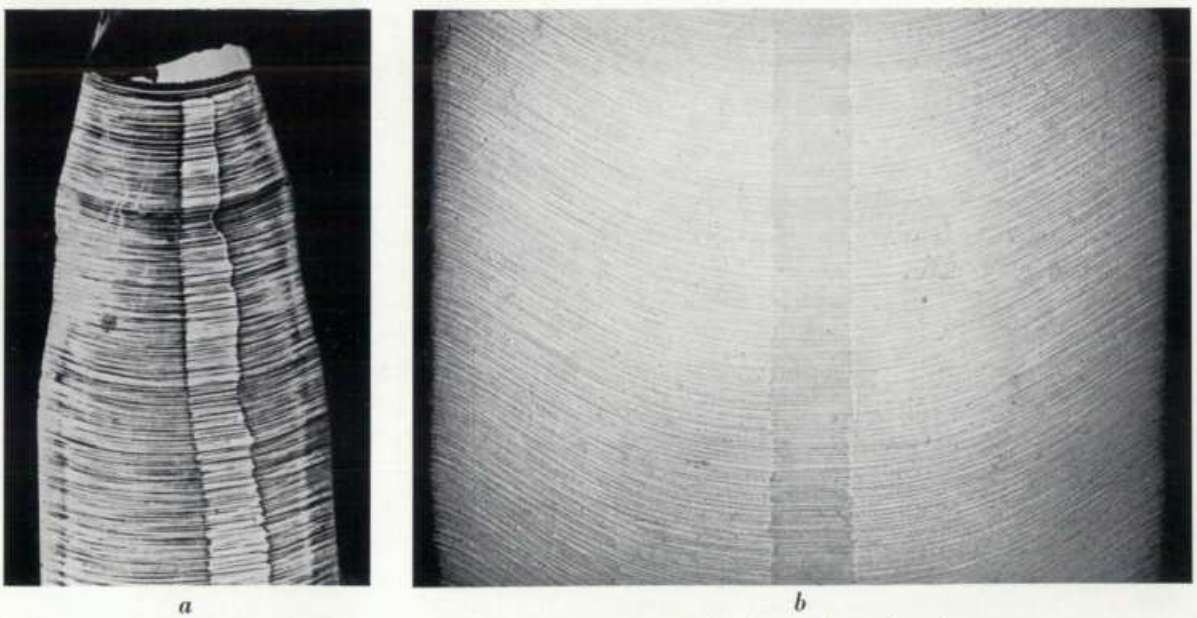


Fig. 12*a* t/m *d*. Verloop van de soortelijke weerstand ϱ langs de in *e* met *1* t/m *4* gemerkte middellijnen van een dwarse doorsnede van een kristal met een „kern". In *e* ziet men verder een aantal lijnen van gelijke ϱ.



a *b*

Fig. 13. Twee kristallen met een kern, zichtbaar gemaakt door pulserend verkoperen; *a*) een germanium-, *b*) een siliciumkristal. Het germaniumkristal is opgetrokken, het andere is gemaakt door middel van kroesloos zonesmelten [1]).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Kernen

Soms vindt men in een opgetrokken kristal een gebied van afwijkend geleidingsvermogen dat qua afmetingen de groeistrepen verre overtreft. Dikwijls is zo'n gebied, een zg. kern, ongeveer een cilinder die evenwijdig loopt met de hartlijn van het kristal en zich over de hele lengte daarvan uitstrekt. Dit blijkt als men zo'n kristal op verschillende plaatsen dwars doorsnijdt en op de verkregen doorsneden het verloop van ϱ langs enige middellijnen meet. Men vindt dan langs overeenkomstige middellijnen steeds een curve van dezelfde vorm. Voor een middellijn die door de kern gaat, ziet die eruit als in fig. 1. Langs middellijnen die niet door de kern gaan, vertoont ϱ géén plaatselijke afwijking (*fig. 12*).

Zeer fraai kan men de kern te zien krijgen als men het kristal volgens een geschikte middellijn in de lengterichting doorsnijdt en vervolgens, b.v. door pulserend verkoperen, de groeistrepen zichtbaar maakt. Twee voorbeelden vindt men in *fig. 13*.

Bij nadere beschouwing van de groeistrepen blijkt dat deze binnen de kern rechte lijnen zijn (*fig. 14*).

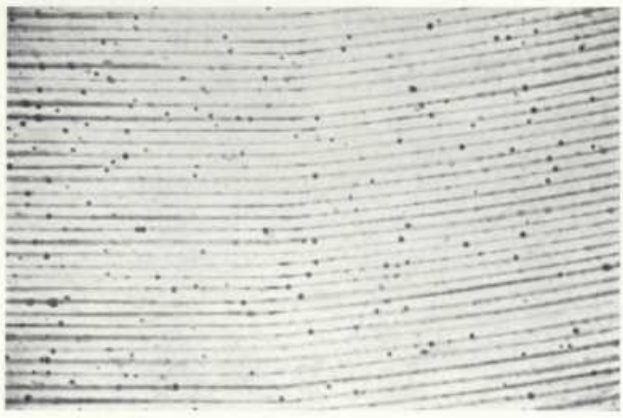


Fig. 14. Detail van fig. 13*a*. Men kan duidelijk zien dat in de kern (linkerhelft van de figuur) de groeistrepen recht zijn.

Dit hangt direct samen met de wijze waarop een kern ontstaat. Onderzoek daaromtrent heeft nl. geleerd dat bij kristallen met een kern het stolvlak tijdens het groeien een facet heeft. De kernen treden alleen op als het stolvlak convex is — men noemt het stolvlak convex als het kristal een bol oppervlak heeft; zie b.v. het groeistrepenpatroon in fig. 6 en fig. 13 — en tevens een ⟨111⟩-as een niet te grote hoek Θ maakt met de hartlijn van het kristal; het facet is een loodrecht op deze as staand deel van een {111}-vlak [9]). *Fig. 15* toont de groeistreep in een dwars snijvlak van een kristal met een kern; ook deze streep is binnen de kern recht. In *fig. 16*, ten slotte, ziet men de onderkant van een snel uit de

[9]) Zie het aangehaalde artikel [2]).

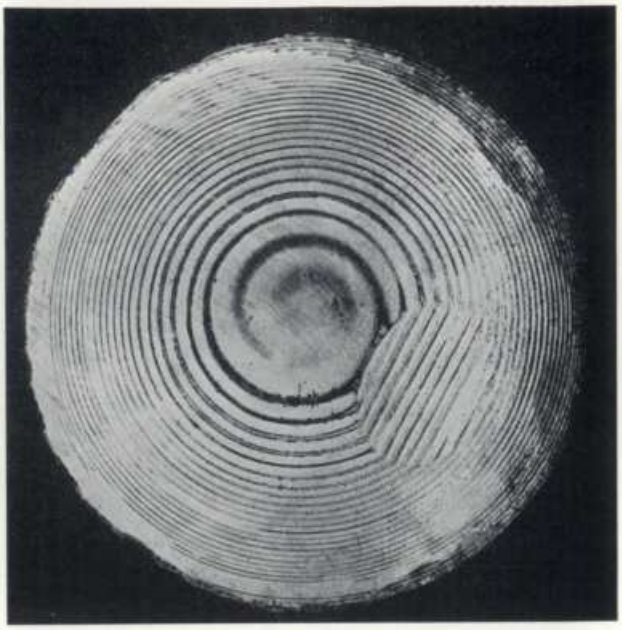


Fig. 15. Evenals in een langsdoorsnede van een kristal met kern (zie fig. 14) is ook in een dwarse doorsnede de groeistreep binnen de kern recht.

smelt getrokken kristal waarop het facet duidelijk te zien is.

De plaats van het facet wordt bepaald door de grootte van de hoek Θ; het ligt verder van de hartlijn af naarmate Θ groter is. Blijkbaar neemt het stolvlak de vorm van een plat vlak aan rondom de plaats waar het, zonder facetvorming, aan een {111}-vlak zou raken. Hieruit volgt direct hoe men het optreden van kernen kan vermijden: men moet Θ zo groot maken dat een dergelijk raakpunt niet bestaat. Het is niet noodzakelijk hiervoor Θ in absolute zin groot te kiezen; men kan ook trachten

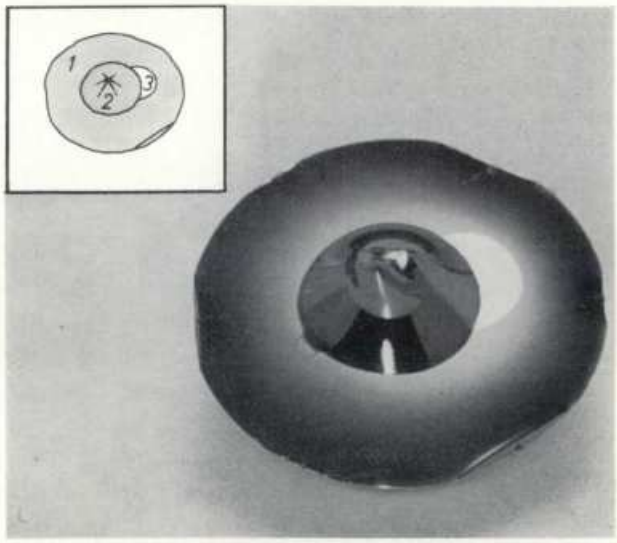


Fig. 16. Onderkant van een uit de smelt getrokken kristal waarvan het stolvlak een vlak gedeelte (facet) had. De inzet dient ter nadere verklaring van wat men ziet: *1* gekromd deel van het stolvlak, *2* gestolde druppel die bij het uit de smelt trekken van het kristal is blijven hangen, *3* het facet.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

de temperatuurverdeling zo te maken dat het stolvlak zeer weinig gekromd is. Ingeval het stolvlak door een gunstige temperatuurverdeling reeds van nature ongeveer vlak is, kan men ook met voordeel Θ juist zeer klein kiezen; het stolvlak wordt dan in zijn geheel een groot „facet".

Uit metingen van de specifieke weerstand van met Sb gedoteerde germaniumkristallen is gebleken dat de verhouding van de waarde daarvan in de kern tot die in de rest van het kristal, in een groot concentratiegebied (ϱ-waarden van 0,05 tot 20 Ωcm) constant is en wel ongeveer gelijk aan 2/3 (vgl. fig. 2). Blijkbaar geldt voor het facet een afwijkende waarde van de segregatieconstante. Voor andere verontreinigingen is, naar gebleken is, hetzelfde het geval met dien verstande dat het quotiënt α van de segregatieconstante op het facet (k_f) en die erbuiten (k_e) voor iedere verontreiniging een andere waarde heeft. Een aantal van deze waarden vindt men samengevat in *tabel I*.

Hetzelfde effect is ook waargenomen in ander materiaal. Een om twee redenen merkwaardig geval is dat van met tellurium gedoteerd indiumantimonide [10]). Hier is niet alleen α uitzonderlijk groot (ongeveer 8), maar ook is $k_f > 1$ tegen $k_e < 1$.

Tabel I. De voor enige verontreinigingen gevonden waarden van het quotiënt α van de segregatieconstante op het facet (k_f) en op het overige deel van het stolvlak (k_e) van opgetrokken germaniumkristallen. De waarden gelden voor een optreksnelheid van 1 mm per minuut en een toerental van 50 per minuut.

Toevoegsel	$\alpha\ (= k_f/k_e)$
P	2,5
As	1,8
Sb	1,45
Bi	1,65
Ga	0,85
In	1,4
Tl	1,2

Een theorie die deze verschijnselen op bevredigende wijze kwantitatief kan verklaren, ontbreekt nog.

Het optreden van een facet is een direct gevolg van het feit dat de groei van het kristal niet op alle delen van het stolvlak even gemakkelijk gaat. Beschouwen we eenvoudigheidshalve een kristal met een kubisch rooster, dan ziet dat er, wat de bezetting van de roosterplaatsen betreft, bij het stolvlak uit als geschetst is in *fig. 17a*. Het groeien van de getrapte delen van het stolvlak vereist slechts dat atomen zich aansluiten op de in fig. 17*b* met × gemerkte plaatsen. Dit gaat gemakkelijk omdat

[10]) K. F. Hulme en J. B. Mullin, Phil. Mag. **4**, 1286, 1959 en J. B. Mullin en K. F. Hulme, Phys. Chem. Solids **17**, 1, 1960.

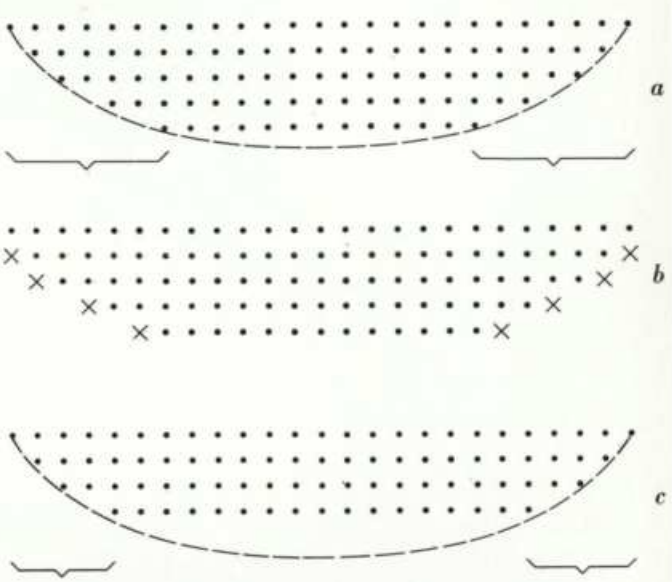


Fig. 17. *a*) Schematische voorstelling van een gekromd, niet-voortlopend, stolvlak van een kristal met kubisch rooster. De buitenste delen van het stolvlak (zie accolades) zijn getrapt, daartussen ligt een deel waarin alle atomen in een plat vlak liggen. *b*) Op de getrapte delen kan het kristal gemakkelijk groeien. Er behoeven zich slechts atomen aan te sluiten op de treden (×), wat weinig energie vereist. Groei op het vlakke deel eist veel meer energie, d.w.z. eist een aanmerkelijke onderkoeling. *c*) Stolvlak met facet. De streeplijn stelt de isotherm voor waarin het overige deel van het stolvlak ligt.

de oppervlak-energie er vrijwel niet door verandert. Op het vlakke deel zijn er géén treden waar atomen zich kunnen aanleggen. Dit deel groeit eerst verder nadat zich ergens een trede gevormd heeft. Eén enkel atoom kan niet als zodanig fungeren; hiervoor is een groepje nodig, een zg. kiem. Het vormen van zo'n kiem eist een zekere energie, waarvan de grootte afhangt van de kristallografische orientatie van het vlak. In sommige gevallen is deze energie vrij groot zodat de vorming van een kiem dan een aanmerkelijke onderkoeling vereist. Het niet-getrapte deel van het stolvlak zal dan dus niet kunnen samenvallen met het isotherme vlak waarin de rest van het stolvlak ligt, maar moet zich een eindje daarachter bevinden. Het is dan groter dan in een geval zonder onderkoeling en vormt op het stolvlak een facet (fig. 17*c*).

Op grond van soortgelijke overwegingen mag verwacht worden dat ook bij kristallen met een andere roosterbouw facetvorming zal optreden wanneer er vlakken zijn waarop zich niet gemakkelijk kiemen vormen. Bij stoffen als Ge en Si die een diamantrooster hebben, is het {111}-vlak blijkbaar zo'n vlak.

Heeft zich op een facet eenmaal een stabiele kiem gevormd, dan groeit deze, door de sterke onderkoeling, in laterale richting zeer snel uit. Daarna is het wachten op de vorming van een nieuwe kiem enz. Terwijl dus het kristal op de gekromde delen

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

van het stolvlak gelijkmatig aangroeit, groeit het op het facet schoksgewijs; de gemiddelde groeisnelheid is natuurlijk overal dezelfde.

Het feit dat voor het facet een afwijkende segregatiecoëfficiënt geldt, kan kwalitatief verklaard worden door aan te nemen dat aan het stolvlak een zekere adsorptie (eventueel desorptie) van verontreiniging plaatsvindt. Bij langzame stolling, zoals op het gekromde deel van het stolvlak, zou dit op de uiteindelijke concentratie van de vaste stof geen invloed hebben, maar op een vlak dat snel groeit, zoals het facet, zou een deel van de geadsorbeerde verontreiniging ingevroren worden. De concentratie in de vaste stof is dan hoger dan zonder dit effect het geval zou zijn; in geval van desorptie lager [11]).

Ten slotte zij nog vermeld dat het niet uitgesloten geacht moet worden dat ook de genoemde ad- of desorptie afhangt van de kristallografische oriëntatie van het grensvlak.

Inhomogeniteit door constitutionele onderkoeling; uitscheidingen

In een sterk gedoteerd materiaal, zoals men gebruikt voor het vervaardigen van tunneldiodes, treft men soms gedeelten aan die vrijwel voor 100% uit de toegevoegde verontreiniging bestaan, de zg. uitscheidingen. Gebleken is dat uitscheidingen uitsluitend voorkomen in kristallen die op zodanige wijze zijn opgetrokken dat vlak voor het stolvlak in de vloeistof constitutionele onderkoeling optrad. We zullen thans kort beschrijven wat dat is [12]) en hoe deze onderkoeling tot het ontstaan van inhomogeniteiten leidt. Van deze inhomogeniteiten zijn de uitscheidingen de meest extreme vorm.

Zoals in de inleiding werd gememoreerd, is, als de verdelingsconstante $k_0 < 1$ is, de concentratie $C(x)$ van de vloeistof vlak voor het stolvlak van een groeiend kristal hoger dan elders. Het verloop van de concentratie met de afstand x tot het stolvlak vindt men geschetst in *fig. 18a*; aan het stolvlak is de concentratie het hoogst. Bepaalt men met behulp van het fazediagram voor ieder punt de met $C(x)$ corresponderende evenwichtstemperatuur T_E, dan vindt men een verloop als geschetst is in fig. 18*b*. De evenwichtstemperatuur $T_E(0)$ aan het stolvlak is lager dan die op enige afstand. Is nu aan het stolvlak de gradiënt dT/dx van de vloeistoftemperatuur kleiner dan de gradiënt dT_E/dx van de evenwichtstemperatuur, dan is — hoewel T overal hoger dan $T_E(0)$ is —, een deel van de vloeistof onderkoeld. Dit is de hierboven bedoelde constitutionele onderkoeling. Deze treedt bij des te kleinere waarden van dT/dx op naarmate de vloeistof geconcentreerder, de optreksnelheid groter, de diffusielaag dikker — d.w.z. ω kleiner — en de verdelingsconstante k_0 kleiner is.

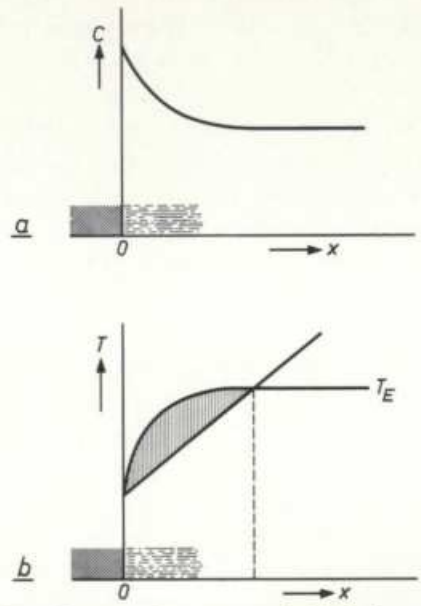


Fig. 18. *a*) Het verloop van de concentratie $C(x)$ in de smelt vlak voor het stolvlak als functie van de afstand x tot dat vlak. *b*) Het hieruit af te leiden verloop van de evenwichtstemperatuur T_E met x. Als op $x = 0$ de gradiënt dT/dx van de temperatuur kleiner is dan die van T_E, is er sprake van constitutionele onderkoeling. Deze treedt op in de laag waarin $T < T_E$ is.

Voor het geval $k_0 > 1$ geldt een analoge redenering; ook hierbij is constitutionele onderkoeling mogelijk.

Als de constitutionele onderkoeling niet al te sterk is, leidt ze niet tot spontane vorming van zelfstandige kiemen in de vloeistof. (Men kan gesmolten germanium ettelijke tientallen graden onderkoelen zonder dat er iets gebeurt.) Aan het stolvlak echter gebeurt er wèl iets bijzonders. Bij onderkoeling is de gewone convexe (of concave) vorm van het stolvlak nl. niet stabiel. Men kan dit direct inzien door na te gaan wat er gebeurt met een klein uitsteeksel dat zich eventueel op het groeiende kristaloppervlak gevormd heeft. Doordat de onderkoelde laag een zekere dikte heeft, groeit zo'n uitsteeksel nog verder uit, in plaats van achter te blijven en weer te verdwijnen, zoals in een stabiele situatie zou gebeuren. Bij dit uitgroeien wordt de overtollige verontreiniging niet alleen in de groeirichting van het kristal uitgedreven maar ook lateraal. Hierdoor wordt de vloeistofconcentratie in de directe omgeving van het uitsteeksel verhoogd en

[11]) Een kwantitatieve uitwerking van deze gedachte vindt men in A. Trainor en B. E. Bartlett, Solid-state electronics **2**, 106, 1961.

[12]) Op het bestaan van constitutionele onderkoeling is het eerst gewezen door J. W. Rutter en B. Chalmers, Canad. J. Phys. **31**, 15, 1953. Een theoretische behandeling ervan voor het optrekproces is gegeven door D. T. J. Hurle, Solid-state electronics **3**, 37, 1961. Een experimentele toetsing van deze theorie en een beschrijving van de vorm van het stolvlak van sterk met Ga gedoteerd Ge vindt men in W. Bardsley e.a., Solid-state electronics **3**, 142, 1961 en **5**, 395, 1962.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

T_E dus verlaagd. Daar ook de stolwarmte deels lateraal wordt afgevoerd, wordt de vloeistof rondom het uitgroeisel ook warmer dan elders op gelijke afstand van het stolvlak. Door deze beide effecten, verlaging van T_E en verhoging van T, wordt de onderkoeling in de naaste omgeving van het uitsteeksel opgeheven. Andere uitsteeksels kunnen zich alleen vormen op enige afstand ervan.

Op den duur krijgt het stolvlak een soort cellenstructuur (*fig. 19*). Deze vorm van het stolvlak is wèl stabiel en kan zich derhalve geruime tijd handhaven.

Het is begrijpelijk dat de uitsteeksels van het stolvlak van Ge- en Si-kristallen evenzeer {111}-facetten zullen vertonen als een gewoon stolvlak. Door de sterke kromming van het oppervlak van een uitsteeksel is zulks zelfs nagenoeg altijd het geval. De vorm van de uitsteeksels— d.w.z. van het stolvlak — wordt bij constitutionele onderkoeling derhalve in hoge mate bepaald door de oriëntatie van het kristal.

Door het verschil in temperatuur en vloeistofconcentratie bij de toppen van de uitsteeksels en in de daartussen gelegen dalen, is er van gelijke segregatie geen sprake. De stroken van het kristal die ontstaan zijn door stolling van de dalen, zullen een aanmerkelijk hogere concentratie hebben dan de overige delen.

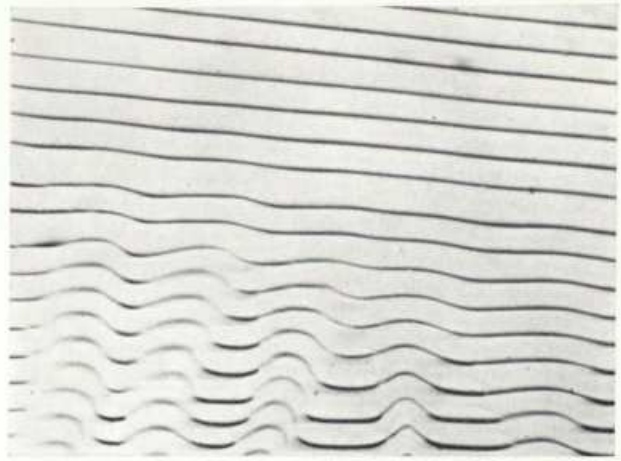
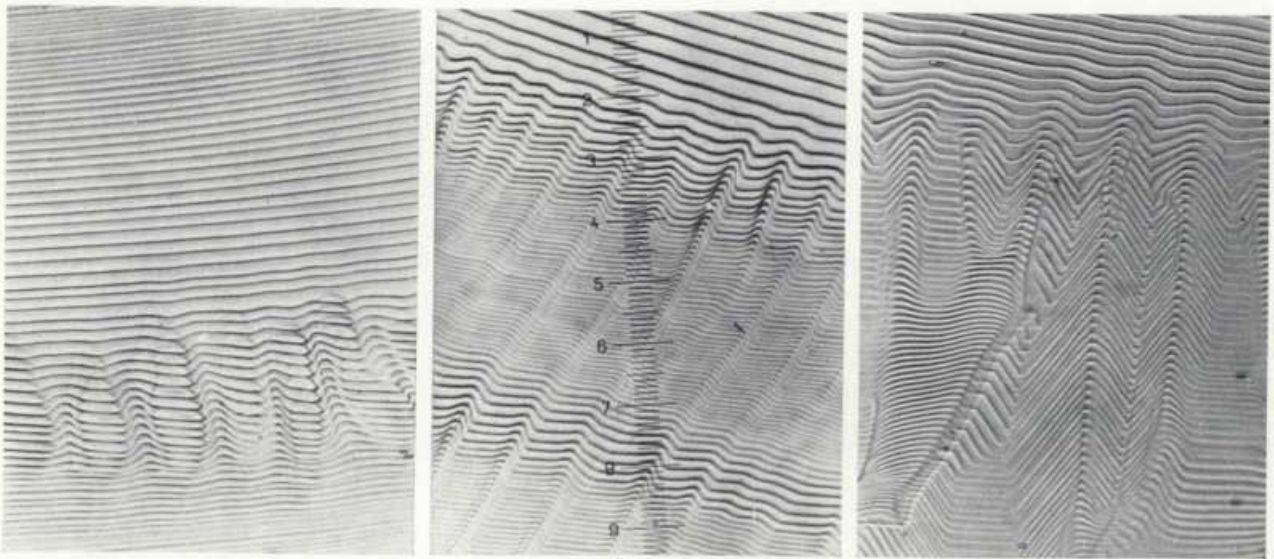


Fig. 19. Begin van de vorming van de cellenstructuur, die het stolvlak bij constitutionele onderkoeling aanneemt. In een langsdoorsnede van het kristal zijn de groeistrepen dan golflijnen. (Vergroting 200 ×.)

Het beschreven proces van celvorming is niet specifiek voor het gebeuren aan een stolvlak. Algemeen geldt dat bij het optreden van een temperatuurinversie een plat vlak van gelijke temperatuur niet stabiel is en er cellen gevormd worden. In 1901 vond Bénard dat er in een horizontale vloeistoflaag die van onderen warmer gehouden wordt dan van boven, een cellulair patroon van convectiestromen optreedt. In het centrum van de cellen gaat de vloeistof omhoog, aan de rand omlaag [13]). In horizontale luchtspouwen is hetzelfde effect gevonden, met dat verschil dat de stroming daar juist in het centrum omlaag gaat [14]). In de meteorologie heeft men wel getracht de vorming van bepaalde soorten van schapenwolkjes te verklaren als gevolg van optreden van cellen van Bénard.

[13]) Zie b.v. H. J. V. Tyrrel, Diffusion and heat flow in liquids, Butterworths, Londen 1961, hfdst. 11.

[14]) Meer hierover kan men vinden in J. G. A. de Graaf, diss. Utrecht, 1952, die de stroming in luchtspouwen bestudeerde in verband met de betekenis daarvan voor de warmteisolatie van gebouwen.



a *b* *c*

Fig. 20. *a*) Voorbeeld van een kristal waar constitutionele onderkoeling in de smelt teweeg werd gebracht door verhogen van de optreksnelheid. Het stolvlak gaat een rimpel vertonen die steeds sterker wordt. Na enige tijd werd de optreksnelheid weer verlaagd — zichtbaar aan de kleinere onderlinge afstand van de groeistrepen; de amplitude van de rimpel wordt weer kleiner en deze verdwijnt ten slotte. *b*) Als in (*a*), maar de optreksnelheid werd nu na het experiment opnieuw verhoogd, en wel vóórdat de rimpels geheel verdwenen waren. Tijdens de gehele operatie blijft hetzelfde patroon bestaan, wat de stabiliteit ervan demonstreert. Beide kristallen zijn opgetrokken in de ⟨111⟩-richting. De toppen van de uitsteeksels van het stolvlak zijn afgeplat door facetvorming. *c*) Als men een germaniumkristal optrekt in een ⟨100⟩-richting, krijgen bij constitutionele onderkoeling de uitsteeksels van het stolvlak door de facetvorming de vorm van een pyramide of een tent.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Zoals fig. 19 toont, kan men het tijdsverloop van de verschijnselen die door de constitutionele onderkoeling worden veroorzaakt, voortreffelijk nagaan door de groeistrepen zichtbaar te maken. *Fig. 20* toont nog drie gevallen van celvorming in sterk met gallium gedoteerd germanium (ongeveer 10^{20} Ga-atomen/cm^3). In fig. 20*a* kan men zien hoe die werd opgeroepen door de optreksnelheid te vergroten en weer werd teniet gedaan door de optreksnelheid te verkleinen; fig. 20*b* toont een geval waarbij hetzelfde experiment is gedaan, maar waarbij de optreksnelheid een tweede maal werd verhoogd en wel vóórdat de cellenstructuur geheel verdwenen was. Men ziet dat het patroon gedurende het gehele experiment nagenoeg behouden blijft, wat de stabiliteit ervan demonstreert. Fig. 20*c* toont de celvorming in een kristal dat opgetrokken werd in een ⟨100⟩-richting. De uitsteeksels krijgen dan, door de facetvorming de vorm van een piramide (of van een tent).

Aard en ontstaan van uitscheidingen

Het optreden van uitscheidingen kan men beschouwen als een extreem geval van inhomogene segregatie ten gevolge van een cellulaire structuur van het stolvlak. Men stelt zich voor dat ze ontstaan doordat op zeker ogenblik uitsteeksels samengroeien, en aldus een hoeveelheid van de zeer geconcentreerde vloeistof die zich daartussen bevindt, insluiten. Daar de temperatuur in het kristal sterk afneemt met de afstand tot het (uitwendige) stolvlak, begint de stolling van de ingesloten druppel in het hoogstgelegen deel ervan en schrijdt vandaaruit naar beneden voort. Bij een dergelijke wijze van stollen verzamelt zich, als de segregatiecoëfficiënt k klein ten opzichte van 1 is, zoals bekend, het overgrote deel van de verontreiniging in het laatstgestolde deel; dit deel nu — dikwijls een eutektisch mengsel — is wat wij een uitscheiding hebben genoemd.

In het bovenstaande is, ter vereenvoudiging van het betoog, stilzwijgend aangenomen dat een ingesloten hoeveelheid vloeistof ter plaatse stolt. In werkelijkheid is dit niet zo: een ingesloten druppel blijft nog enige tijd in de groeirichting doorlopen. Men kan dit vergelijken met het voortschrijden van een gesmolten zone bij het zonesmelten in een temperatuurgradiënt: aan de warme kant van de zone gaat materiaal in oplossing aan de koude kant vindt stolling plaats [15]). Op den duur komt de druppel tot stilstand en vormt zich op de bovenbeschreven wijze een uitscheiding (*fig. 21* t/m *25*). Dit voortlopen van de ingesloten druppel is er de oorzaak van dat

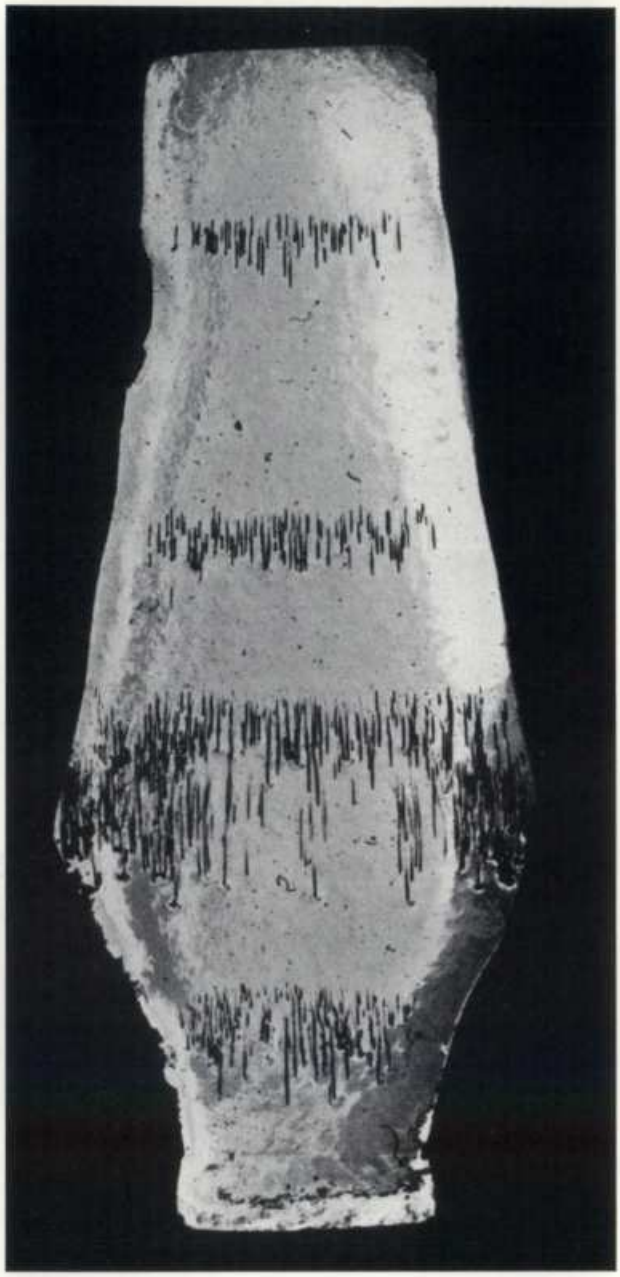


Fig. 21. Uitscheidingen in een Ge-kristal dat is opgetrokken in een ⟨110⟩-richting. De donkere verticale strepen zijn banen die door ingesloten druppels doorlopen zijn. Bij het maken van dit kristal werd enige malen de optreksnelheid zodanig vergroot dat tot uitscheidingen leidende constitutionele onderkoeling optrad, en kort daarna weer verminderd. Dit is de oorzaak dat men vier groepen ziet van strepen die alle ongeveer in eenzelfde horizontaal vlak beginnen.

men het insluiten als zodanig in het groeistrepenpatroon niet kan zien.

Het feit dat in de strook die door de ingesloten druppel doorlopen is, ook groeistrepen voorkomen, heeft wel het vermoeden doen rijzen dat men hier met „fundamentele" groeistrepen te doen zou hebben. Berekeningen hebben echter geleerd dat de kleine temperatuurvariaties aan het stolvlak die, volgens de uiteenzetting op blz. 111, oorzaak zijn van het ontstaan van de gewone groeistrepen, tot enkele mm diep in het kristal voelbaar zijn — preciezer: de amplitude neemt exponentieel af met

[15]) Zie hiervoor W. G. Pfann, Zone melting, Wiley, New York 1958, hoofdstuk 9.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

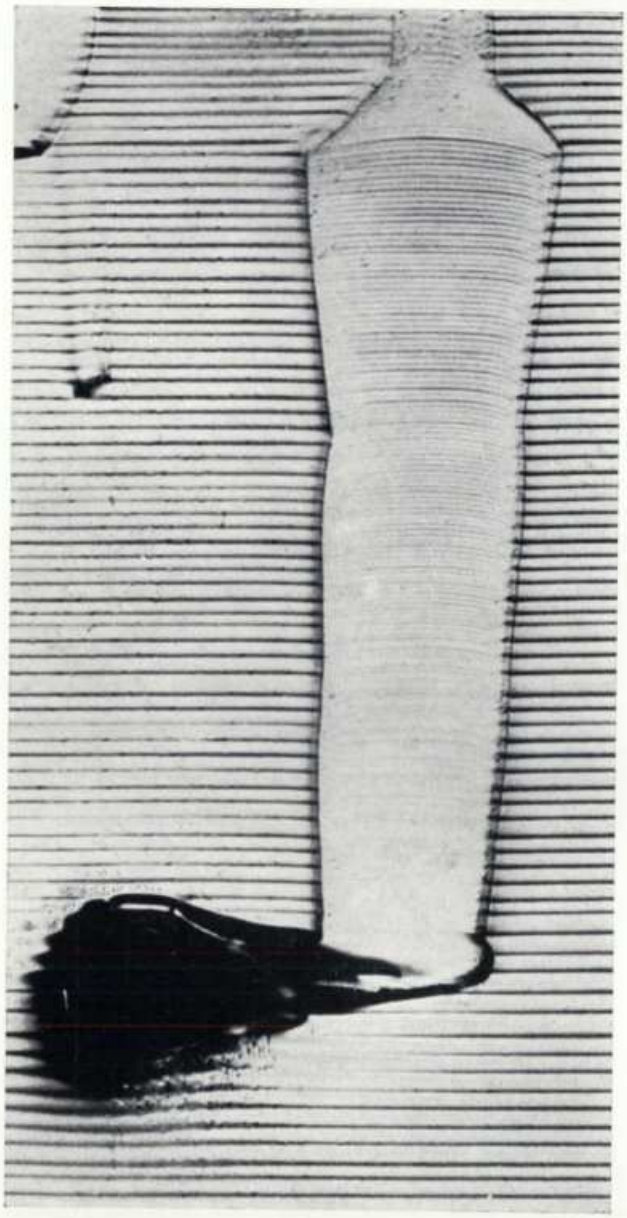


Fig. 22

een karakteristieke lengte van enkele mm. Zij kunnen derhalve het stollen van een ingesloten druppel zeer goed beïnvloeden.

De groeistrepenpatronen van fig. 19, 20, enz. demonstreren duidelijk dat constitutionele onderkoeling weliswaar inhomogeniteiten veroorzaakt, maar niet behoeft te leiden tot het ontstaan van polykristallijn materiaal. Zelfs het kristal van fig. 25 was, blijkens de wijze van verder groeien na het terugsmelten, een monokristal. Wel vindt men in gebieden waar het stolvlak een cellenstructuur had, en vooral in en rondom de zones die door een druppel doorlopen zijn, een grote dislocatiedichtheid. Dit blijkt zowel bij onderzoek volgens de etsputtenmethode als bij onderzoek met behulp van de anomale transmissie van röntgenstralen. De spanningen veroorzaakt door de verschillen in roosterconstante die corresponderen met de concentratieverschillen, worden blijkbaar ten dele gecompenseerd door dislocaties.

Een opvallende eigenschap van deze dislocaties is

Fig. 22. Sterk vergroot (200×) groeistrepenpatroon van het kristalgedeelte dat door een ingesloten druppel doorlopen is alvorens deze onder vorming van een uitscheiding (donkere partij) tot stilstand kwam.

Fig. 23. Groeistrepenpatroon van gedeelte van een kristal waar een dal van een cellulair stolvlak overgaat in een door een ingesloten druppel doorlopen zone. In het dal (links boven) is de onderlinge afstand van de groeistrepen gelijk aan die in de uitsteeksels, in de doorlopen zone kleiner. (Vergroting 110×.)

Fig. 24. Groeistrepenpatroon (vergroting 120×) van kristaldeel dat gestold is met een cellulair stolvlak waarin de sporen van drie voortlopende ingesloten druppels te zien zijn. Op zeker ogenblik werd de optreksnelheid verlaagd en werd aan de smelt een zo grote warmtestoot toegediend dat het kristal een eindje afsmolt alvorens verder te groeien. De lager gelegen groeistrepen zijn weer volkomen regelmatig.

Fig. 25. Als in fig. 24. Het groeistrepenpatroon boven de terugsmeltgrens is uiterst grillig. Uit het feit dat het daaronder weer regelmatig is, kan geconcludeerd worden dat, ondanks de constitutionele onderkoeling, ook hier het materiaal monokristallijn gebleven is. (Opgetrokken in ⟨100⟩-richting, vergroting 80×.)

Fig. 23

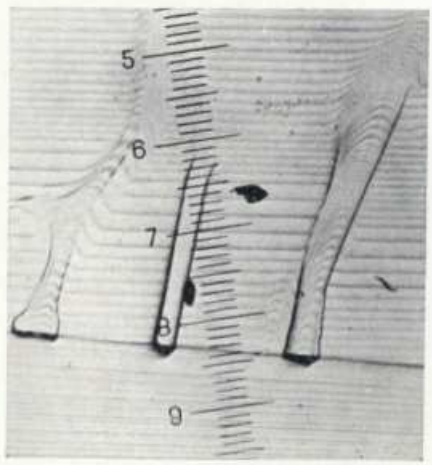


Fig. 24

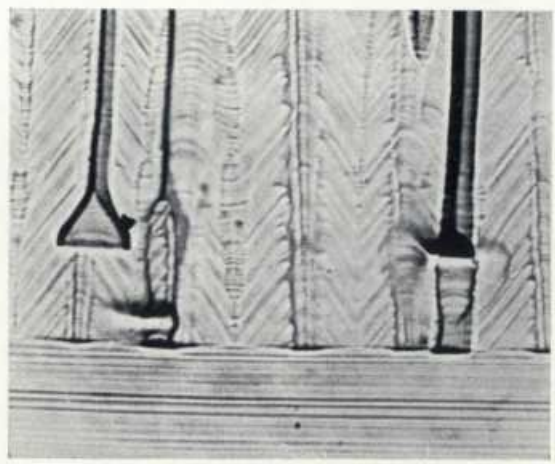


Fig. 25

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

dat de meeste niet doorlopen tot buiten het gebied van de inhomogeniteiten. Trekt men op zorgvuldige wijze een dislocatievrij kristal op [16]), verandert men vervolgens de situatie zodanig dat constitutionele onderkoeling optreedt, en herstelt men ten slotte de oorspronkelijke toestand, dan vindt men in hoofdzaak dislocaties in het middelste deel van het kristal. Dit wijst erop dat de meeste van deze dislocaties geloten ringen vormen.

[16]) Zie voor het maken van dislocatievrije kristallen en voor diverse methodes van dislocatieonderzoek het aangehaalde artikel [5]).

Ook het optreden van inhomogeniteiten die ontstaan door constitutionele onderkoeling, kan men vermijden, zelfs in zeer sterk gedoteerde kristallen. Men moet zorgen voor een grote temperatuurgradiënt en behoeft verder slechts de optreksnelheid en het toerental geschikt te kiezen. Door langzaam op te trekken is het ons b.v. gelukt homogene dislocatievrije germaniumkristallen te maken met een galliumgehalte van ongeveer 4×10^{20} atomen/cm^3, d.w.z. met een gehalte van bijna 1 gewichtsprocent. Dit gehalte nadert de grens welke gesteld wordt door de oplosbaarheid.

Samenvatting. Opgetrokken gedoteerde germanium- en siliciumkristallen waaraan men met routinemetingen geen ernstige axiale variatie van de soortelijke weerstand kan constateren, kunnen toch plaatselijk inhomogeen zijn. Ze kunnen nog groeistrepen, kernen en inhomogeniteiten door constitutionele onderkoeling bevatten, met als extreem geval hiervan uitscheidingen. Groeistrepen ontstaan door thermische asymmetrie van de optrekinrichting en zijn moeilijk geheel te vermijden. In een langsdoorsnede geven ze vrijwel de vorm van het stolvlak ter plaatse aan. Kernen ontstaan als het stolvlak een {111}-facet heeft; hiervoor geldt een afwijkende waarde van de segregatiecoëfficiënt. Bij sterke dotatie treedt in de smelt voor het stolvlak gemakkelijk constitutionele onderkoeling op. Het stolvlak neemt dan, door het uitgroeien van uitsteeksels, een cellenstructuur aan. De dalen van de cellen zijn gevuld met relatief sterk geconcentreerde vloeistof die tot sterker gedoteerd materiaal stolt. Insluiting van deze vloeistof door samengroeien van uitsteeksels leidt tot uitscheidingen. Kernen kunnen vermeden worden door geschikte kristallografische oriëntatie van het entkristal, uitscheidingen door geschikte keus van optrekcondities. Zo bleek het mogelijk met Ga gedoteerde Ge-kristallen te maken waarvan het Ga-gehalte slechts weinig minder is dan de oplosbaarheid, maar die toch vrij zijn van inhomogeniteiten en dislocaties.

HET BEPALEN VAN MAGNETISCHE GROOTHEDEN DOOR VERPLAATSINGSMETINGEN

door U. ENZ *) en H. ZIJLSTRA **).

621.317.44

Ten behoeve van het onderzoek van ferromagnetische materialen, dat reeds lange tijd in de Philipslaboratoria gaande is, hebben de auteurs drie instrumenten geconstrueerd, waarmee resp. de magnetostrictie, de magnetische anisotropie en de magnetisatie van deze materialen kan worden gemeten met een nauwkeurigheid van ca. 1%. Uiteraard kan met de moderne hulpmiddelen een grotere nauwkeurigheid worden bereikt, maar door genoegen te nemen met de genoemde, voor vrijwel alle praktische en vele theoretische doeleinden toereikende, nauwkeurigheid kunnen de metingen met zeer eenvoudige apparatuur worden uitgevoerd. Bij alle drie de instrumenten brengt de desbetreffende magnetische eigenschap een verplaatsing van een ferroxcubekern of een spoel teweeg, en voor de meting hiervan wordt telkens gebruik gemaakt van een reeds bestaande meetbrug (PT 1200). Met deze, voor gebruik in ons laboratorium vervaardigde, instrumenten zijn reeds vele metingen verricht en daarbij is gebleken dat ze goed voldoen.

De magnetisatie die een monster van ferromagnetisch materiaal in een magnetisch veld vertoont, gaat over het algemeen gepaard met magnetostrictie, d.w.z. een verandering van de afmetingen. Is het monster een monokristal, dan zal het tevens trachten een zodanige stand in te nemen dat één der zg. voorkeursrichtingen evenwijdig met het veld is, om zodoende de magnetische anisotropie-energie te minimaliseren. Wanneer de drie genoemde magnetische grootheden bekend zijn, kan men zich een vrij volledig beeld vormen van de magnetische eigenschappen van het monster. We hebben drie voor gebruik in onze laboratoria bedoelde instrumenten geconstrueerd waarmee deze grootheden gemakkelijk en met een nauwkeurigheid van 1% kunnen worden gemeten. De meetmethode berust in de drie gevallen op hetzelfde principe: de desbetreffende magnetische eigenschap (c.q. de verandering ervan) wordt omgezet in een verplaatsing van een ferroxcubekern of een spoel. Door deze verplaatsing

*) Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven.
**) Philips' Hoofdindustriegroep Radio-, Grammofoon- en Televisieapparaten, Metallurgisch Laboratorium, Eindhoven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

verandert de inductie in twee vaste spoelen die samen met twee andere impedanties een brugschakeling vormen. De twee impedanties zijn een onderdeel van een in de handel zijnd apparaat (meetbrug PT 1200), waardoor de brugschakeling wordt gevoed met een wisselstroom van 4 kHz en waardoor tevens de uitgangsspanning van de brug wordt versterkt, gelijkgericht en gemeten. De grootte van de verplaatsing kan naar keuze worden afgelezen op een ingebouwde meetinstrument of, als functie van b.v. de magnetische veldsterkte of de tijd, worden geregistreerd door middel van een x-y-schrijver. De drie instrumenten hebben bovendien met elkaar gemeen dat het verloop van de magnetische grootheden als functie van de temperatuur op zeer eenvoudige wijze kan worden bepaald. In alle drie de gevallen worden de instrumenten geijkt met behulp van monsters met bekende magnetische eigenschappen.

Magnetostrictie

Brengt men een niet-gemagnetiseerde staaf van een ferromagnetisch materiaal in een magnetisch veld, dat b.v. evenwijdig is met de lengterichting van de staaf, dan zal daardoor zijn lengte l met een, bedrag Δl veranderen. De overige afmetingen veranderen in eerste instantie zodanig dat het volume van de staaf constant blijft. De magnetostrictie λ wordt gedefinieerd als $\Delta l/l$. Bij monokristallen heeft λ in verschillende kristalrichtingen een verschillende waarde. We meten echter meestal aan polykristallijn materiaal zonder textuur, zodat we voor alle richtingen dezelfde „gemiddelde" waarde vinden. De waarde van λ neemt in het algemeen toe bij toenemende magnetische veldsterkte, totdat de magnetische verzadiging is bereikt. De magnetostrictie is daarna constant en heeft voor de meeste ferromagnetische stoffen een soms positieve, soms negatieve waarde in de orde van 10^{-5}.

In de praktijk ontmoet men de magnetostrictie b.v. als de oorzaak van het brommen van transformatoren en smoorspoelen [1]): de afmetingen van de ferromagnetische kern veranderen hierdoor immers met een frequentie die tweemaal zo groot is als die van de elektrische stroom. De magnetostrictie vindt een nuttige toepassing b.v. bij de opwekking van ultrasone trillingen. Ook in theoretisch opzicht is de magnetostrictie van belang, als hulpmiddel bij het bestuderen van de atomaire processen die de oorzaak van het magnetisme zijn.

In *fig. 1a* is het instrument geschetst waarmee we de magnetostrictie meten. De proefstaaf P, met een lengte l van ongeveer 5 cm, staat in een conische uitholling in de bodem van een kwartsbuis A. De lengteverandering Δl die ontstaat wanneer het magnetische veld wordt ingeschakeld, wordt door een kwartsstaaf Q overgebracht op een stift T. Deze stift maakt deel uit van een in de handel zijnde verplaatsingsmeter (PR 9310). In deze verplaatsingsmeter bevinden zich twee spoelen L en L' en

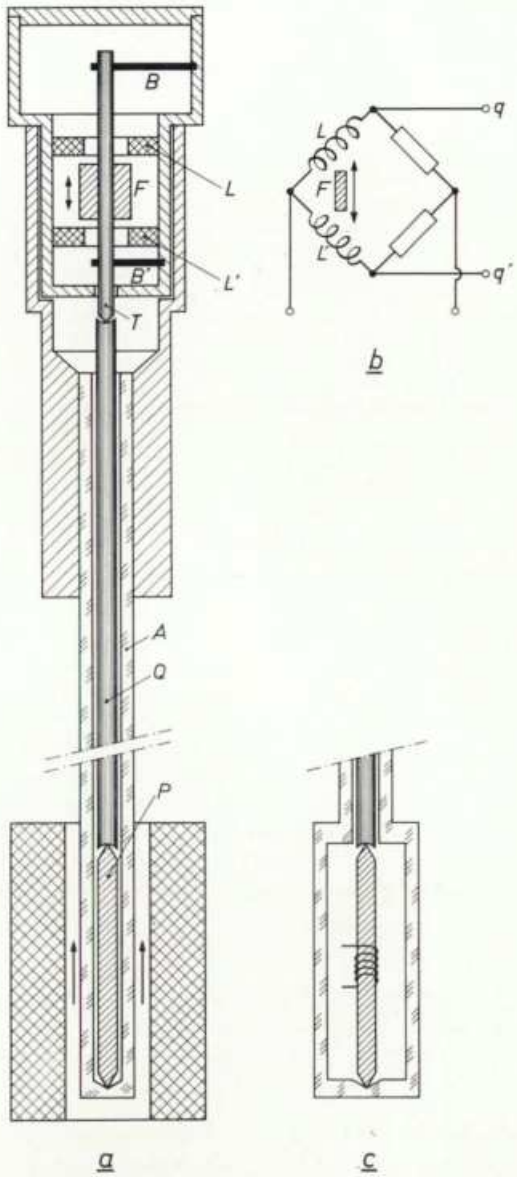


Fig. 1. *a*) Schematische voorstelling van het instrument voor het meten van de magnetostrictie. De proefstaaf P staat in een conische uitholling in de bodem van de kwartsbuis A. De lengteverandering Δl die de proefstaaf P ondergaat ten gevolge van het door een solenoïde opgewekte magnetische veld (zie pijlen), wordt door de kwartsstaaf Q overgebracht op de stift T, die deel uitmaakt van een in de handel zijnde verplaatsingsmeter (PR 9310). Op de stift, die wordt gedragen door de bladveren B en B', is een ferroxcubekern F bevestigd, die door zijn verplaatsing over de afstand Δl de zelfinducties van de twee spoelen L en L' wijzigt. Het hierdoor ontstane spanningsverschil tussen de punten q en q' (*b*) wordt met behulp van een eveneens in de handel zijnde meetbrug (PT 1200) gemeten. *c*) Een gewijzigde vorm van de kwartsbuis A, waarvan de bedoeling in het onderschrift van fig. 4 wordt verklaard.

[1]) Zie b.v. E. W. van Heuven, De geluidemissie van voorschakelapparaten voor fluorescentielampen, Philips techn. T. **18**, 83-92, 1956.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

een ferroxcubekern F. De ferroxcubekern is op de stift T gemonteerd en deze is door middel van bladveren B en B' zodanig bevestigd dat hij slechts in de richting van zijn lengteas kan bewegen. Wordt de kern F over een afstand Δl verplaatst, dan veranderen de zelfinducties van L en L', waardoor een brugschakeling uit evenwicht wordt gebracht en er een spanningsverschil tussen de punten q en q' ontstaat (fig. 1*b*). De verschilspanning wordt in de eerdergenoemde meetbrug versterkt en gelijkgericht en veroorzaakt een uitslag van het meetinstrument (*fig. 2*). De uitslag is evenredig met Δl, en dus met de magnetostrictie λ. De kleinste verplaatsing die op de meetbrug kan worden afgelezen, bedraagt ongeveer 0,01 μm. Bij een waarde van λ gelijk aan 2×10^{-5} en een proefstaaf met een lengte van 5 cm komt dit overeen met een meetnauwkeurigheid van 1%.

De kwartsstaaf en -buis moeten zo lang zijn dat proefstaaf en meetkop ongeveer 20 cm van elkaar verwijderd zijn, zodat de staaf in een grote solenoïde kan worden gebracht. Met deze solenoïde (fig. 2) kunnen velden worden opgewekt tot een maximale sterkte van $1{,}6\times10^6$ A/m (20 000 Oe), zodat we bij de meeste ferromagnetische stoffen tot in het gebied van verzadiging kunnen meten.

De druk van de bladveren (enkele grammen) is groot genoeg om een contact zonder speling tussen de stift T en de staaf Q te verzekeren. De kwartsstaaf Q en de proefstaaf P worden aan elkaar gekit, zodat ze een star geheel vormen. Doordat de bladveren geen zijdelingse beweging van de stift toelaten en doordat het ondereinde van de proefstaaf in een conische uitholling rust, worden Q en P vrij van de wand gehouden, zodat de beweging geheel zonder wrijving geschiedt.

De verzadigingsmagnetostrictie is van dezelfde orde van grootte als de thermische uitzetting bij een temperatuurverschil van 1 °C. Om een nauwkeurigheid van 1% te bereiken, moet derhalve de temperatuur gedurende de meting binnen 0,01 °C constant blijven. Aangezien de meting zeer snel geschiedt, nl. door de standen van het meetinstrument voor en na het inschakelen van het veld te vergelijken, kan dit met geringe voorzorgen al worden gerealiseerd.

Het verloop van de magnetostrictie als functie van de temperatuur kan van — 196 °C tot 700 °C worden gemeten door onmiddellijk om de kwartsbuis A baden met koude vloeistoffen of een kleine oven aan te brengen. Men meet de temperatuur van de proefstaaf met behulp van een thermo-element. Door de geringe afmetingen en de korte duur van elke meting kan met kleine hoeveelheden vloeistof en met een klein vermogen worden volstaan. In *fig. 3* wordt een voorbeeld gegeven van een aantal krommen die met het instrument zijn verkregen.

Fig. 2. Opstelling voor het meten van de magnetostrictie. Links een solenoïde, waarmee een bekend veld wordt opgewekt. De kwartsbuis met de proefstaaf is erin geplaatst. Rechts de meetbrug PT 1200. Het sterkste veld dat met de solenoïde kan worden opgewekt ($1{,}6\times10^6$ A/m), is sterk genoeg om de meeste ferromagnetische stoffen in magnetisch verzadigde toestand te brengen.

Ten slotte toont *fig. 4* een aantal uitvoeringsvormen van het instrument. De beschreven vorm is aan de linkerzijde afgebeeld. Bij de uitvoering in het midden is de proefstaaf vrij toegankelijk (zie ook fig. 1*c*). Men kan daardoor om de proefstaaf een aantal wikkelingen aanbrengen, die met een ballistische galvanometer worden verbonden. Het is dan mogelijk om tijdens het meten van de magnetostrictie tevens de verandering van de inductie, en daaruit de magnetisatie, in de proefstaaf te bepalen. Met de rechtse uitvoering kunnen we de magnetostrictie van ringvormige proefstukken meten.

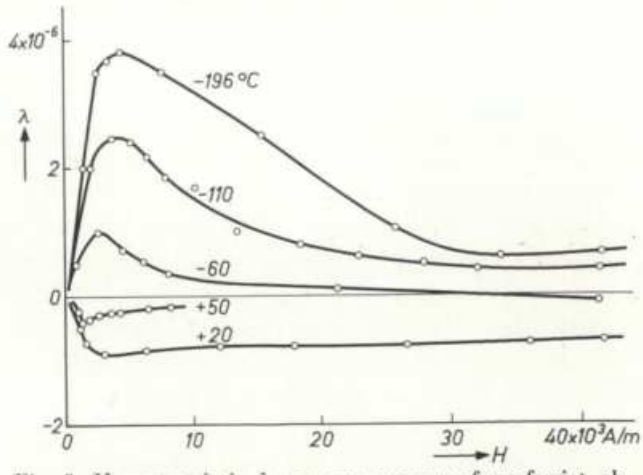


Fig. 3. Magnetostrictie λ van een mangaan-ferro-ferriet als functie van de veldsterkte H, voor een aantal waarden van de temperatuur. Dit ferriet wordt wegens zijn grote susceptibiliteit veelvuldig toegepast, b.v. in de telefonie voor pupinspoelen. Aan de hand van deze en andere metingen kon de oorzaak van de grote susceptibiliteit worden aangegeven. (Zie ook: U. Enz, Proc. Instn. Electr. Engrs. **109 B**, suppl. no. 21, 246, 1962.)

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

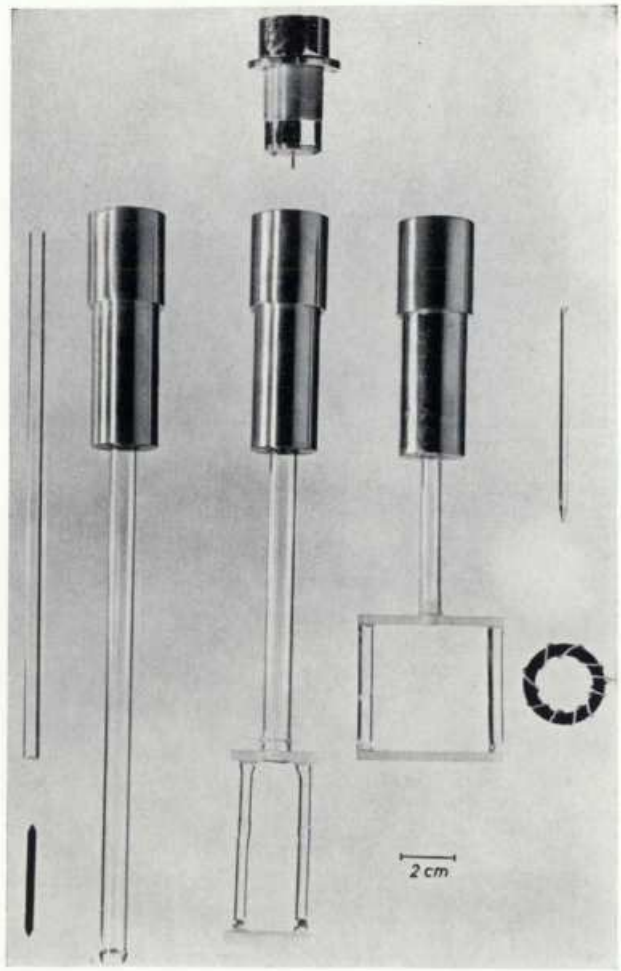


Fig. 4. Een aantal versies van het beschreven instrument voor het meten van de magnetostrictie. Links de versie van fig. 1*a*. In het midden een versie waarbij tijdens de meting ook de verandering van inductie in de proefstaaf en daaruit de magnetisatie kan worden bepaald (zie fig. 1*c*). Hiervoor wordt om de staaf een met een ballistische galvanometer verbonden draad gewikkeld. Met de rechts afgebeelde uitvoeringsvorm kan de magnetostrictie van ringvormige monsters worden gemeten. In dit geval wordt het magnetische veld opgewekt met behulp van een stroom door een draad die om de ring is gewonden.

Magnetische anisotropie

Wil men een monokristallijn monster van een ferromagnetisch materiaal tot verzadiging toe magnetiseren, dan blijkt hiervoor niet in alle richtingen dezelfde hoeveelheid energie nodig te zijn. Er zijn een aantal richtingen waarin dit een minimale hoeveelheid energie vergt; men noemt deze de voorkeursrichtingen van de magnetisatie. Ze blijken in de meeste gevallen evenwijdig te zijn met bepaalde eenvoudige kristalrichtingen, b.v. bij ferroxdure ($BaFe_{12}O_{19}$) evenwijdig met de hexagonale as. Gewoonlijk is een kristal verdeeld in reeds tot de verzadiging gemagnetiseerde gebiedjes (de welbekende gebieden van Weiss), in elk waarvan de magnetisatie gericht is volgens één van de voorkeursrichtingen.

We brengen het monster in een magnetisch veld dat sterk genoeg is om dit, hoe het ook ten opzichte van het veld is georiënteerd, in verzadigde toestand te brengen. Om het monster te draaien om een as loodrecht op het veld, moeten we er een koppel met een moment M op uitoefenen en daardoor de energie ΔE leveren die nodig is om de magnetisatie over een hoek Θ ten opzichte van de respectieve voorkeursrichting te draaien. Deze energie ΔE, de magnetische anisotropie-energie genoemd, is een periodieke functie van de hoek Θ tussen het veld en de desbetreffende voorkeursrichting. We kunnen deze functie in de vorm van een machtreeks schrijven en de magnetische anisotropie van een bepaald materiaal karakteriseren met behulp van de coëfficiënten van deze reeks. Bij ferroxdure zijn alle coëfficiënten op één na gelijk aan nul, en in dat geval geldt de zeer eenvoudige formule:

$$\Delta E = K_1 \sin^2 \Theta.$$

Het moment M vinden we door ΔE te differentiëren naar Θ. Voor ferroxdure leidt dit tot:

$$M = \frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}\Theta} \Delta E = K_1 \sin 2\Theta. \quad . \; . \; (1)$$

Hieruit blijkt dat K_1, en in andere gevallen eveneens de overige coëfficiënten K_2, K_3, enz., kunnen worden bepaald door M te meten als functie van Θ. Op dit principe is het instrument gebaseerd dat in *fig. 5a* is afgebeeld.

Het monster P is een bolvormig monokristal van enkele mm diameter, dat aan het ondereinde van een kwartsstaaf Q wordt gekit [2]). De staaf is ingeklemd in twee ringen R_1 en R_1', die met radiaal staande bladveren B aan vaste ringen R_2 en R_2' zijn bevestigd (zie de schets in fig. 5*c*). Door deze bevestiging kan de staaf zonder wrijving over een niet al te grote hoek rond zijn lengteas draaien, terwijl alle andere bewegingen worden verhinderd. Op het boveneinde van de staaf is een dwarsarm D gemonteerd. Deze draagt aan de linkerkant een spoel L_1, waardoor een wisselstroom (4 kHz) vloeit en die samen met twee spoelen L_2 en L_2' een zg. differentiaaltransformator vormt. De spoelen L_2 en L_2' zijn aan elkaar gelijk en worden zo geschakeld dat L_1, wanneer deze zich er juist midden tussen in bevindt, in beide gelijke spanningen induceert, maar met tegengesteld teken, zodat de spanning tussen de punten q en q' (fig. 5*b*) gelijk nul is. Verplaatsing van L_1 doet tussen q en q' een spanning ontstaan, die weer met de meetbrug PT 1200 wordt versterkt, gelijkgericht en gemeten. De meetbrug

[2]) De bolvorm is gekozen omdat daardoor de invloed van de zg. vormanisotropie wordt uitgeschakeld.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

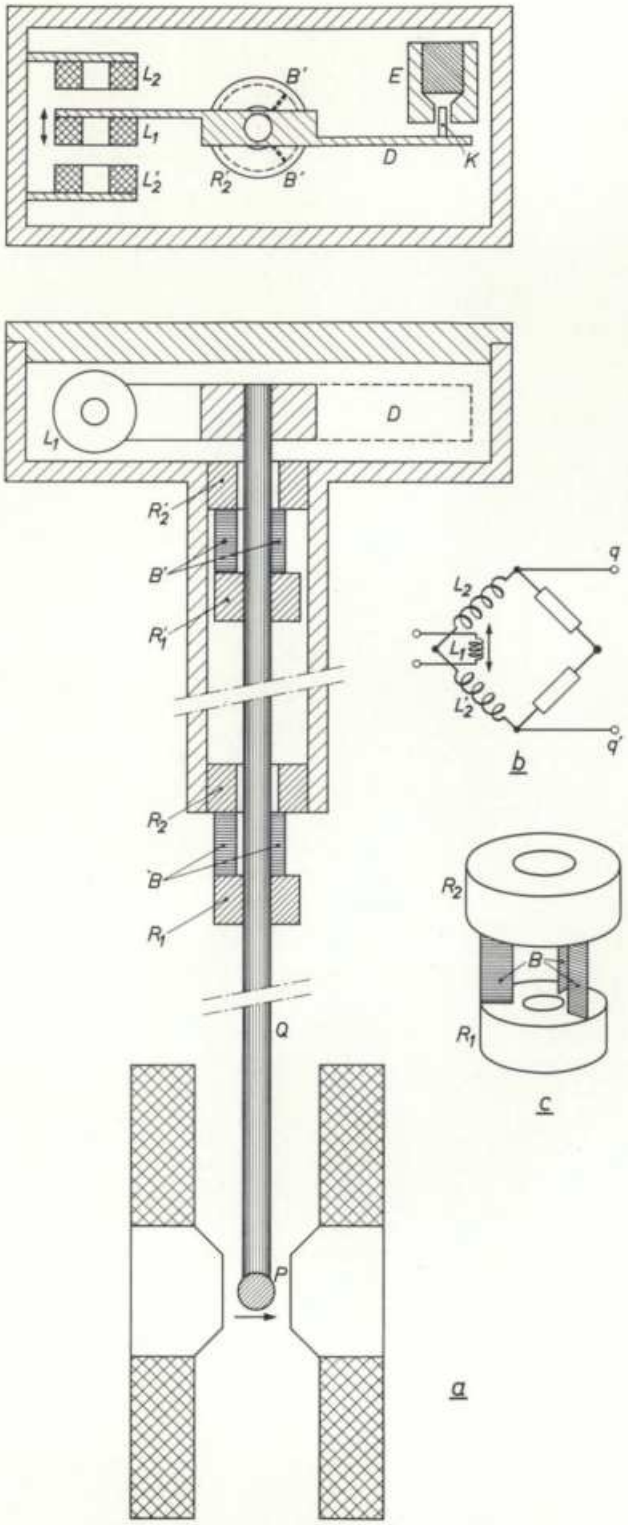


Fig. 5. *a*) Schematische voorstelling van het instrument voor het meten van de magnetische anisotropie. De kwartsstaaf Q is met behulp van de ringen R_1 en R_1' en de bladveren B op zodanige wijze aan de in het huis gemonteerde ringen R_2 en R_2' bevestigd dat hij alleen om zijn lengteas kan draaien (zie ook *c*). Oefent een magnetisch veld (zie pijl) op het bolvormige, monokristallijne monster P een koppel uit, dan verwijdert de op de dwarsarm D gemonteerde spoel L_1 zich uit zijn evenwichtsstand midden tussen de spoelen L_2 en L_2'. De hierdoor te voorschijn geroepen spanning tussen de punten q en q' (*b*) wordt weer met de meetbrug PT 1200 gemeten. Rechts op de arm D is een stukje koper K bevestigd, dat zich in het veld van de permanente magneet E bevindt; hierdoor worden eventuele trillingen gedempt.

levert tevens de wisselstroom waarmee de differentiaaltransformator wordt gevoed. Aan de rechterkant van de dwarsarm D is een klein stukje koper K gemonteerd dat zich in het veld van een permanente magneet E bevindt. Eventuele trillingen van het systeem worden gedempt doordat de magneet dan in het stukje koper wervelstromen induceert.

Bevindt het monster zich op zodanige wijze in het veld dat een van de voorkeursrichtingen een hoek Θ met het veld maakt, dan neemt de staaf, door over een kleine hoek φ om zijn lengteas te draaien, die stand aan waarbij het door de bladveren op de staaf uitgeoefende koppel in evenwicht is met het koppel dat door het veld op het monster wordt uitgeoefend. De met φ overeenkomende verplaatsing van de spoel L_1 resulteert in een uitslag van het meetinstrument die evenredig is met het moment M van de genoemde koppels. Is M aldus gemeten, dan kunnen we uit (1) de waarde van K_1 berekenen.

De variatie van de anisotropie met de temperatuur kunnen we op een even eenvoudige wijze meten als bij het vorige instrument. *Fig. 6* geeft een voor-

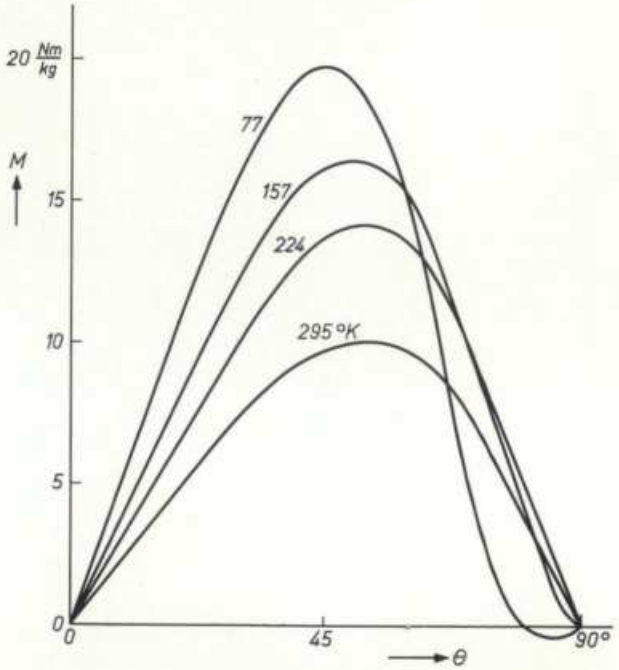


Fig. 6. Het moment M van het koppel dat op een monokristallijn ferromagnetisch monster van 1 g moet worden uitgeoefend om het in een stand te houden waarbij een voorkeursrichting een hoek Θ met het veld maakt, geregistreerd als functie van de hoek Θ, bij een aantal waarden van de temperatuur. Uit deze grafiek kunnen de waarden van K_1, K_2, enz. worden afgeleid. De metingen zijn gedaan aan de verbinding $Ba_3CoZnFe_{24}O_{41}$ (een ferroxplana), die zeer geschikt is voor toepassingen bij hoge frequentie. De stof dankt zijn bijzondere eigenschappen aan het bestaan van een voorkeurs vlak voor de magnetisatie. (Grafiek overgenomen uit: F. K. Lotgering, U. Enz en J. Smit, Philips Res. Repts. **16**, 441, 1961. Zie verder: A. A. Aldenkamp, C. P. Marks en H. Zijlstra, Rev. sci. Instr. **31**, 544, 1960.)

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

beeld van de meetresultaten. Het blijkt dat de krommen slechts bij benadering het sinusvormige verloop hebben dat overeenkomt met (1), hetgeen erop wijst dat één of meer van de coëfficiënten K_2, K_3, enz. niet gelijk aan nul zijn. Om ook de waarde van deze coëfficiënten te kunnen bepalen, moet de meting worden verricht voor het gehele gebied $0 < \Theta < 180°$. Het is daarom een voordeel dat deze opstelling zich gemakkelijk leent tot automatische registratie. Hiertoe wordt het meetinstrument door een eenvoudig hulpapparaat met een hoeksnelheid van ongeveer 1 omwenteling per minuut ten opzichte van het veld om zijn lengteas gedraaid. Bij deze draaiing wordt een via een tandwieloverbrenging met het meetinstrument verbonden arm van een potentiometer meegenomen. De spanning over de potentiometer is evenredig met de hoek Θ en wordt aan een x-y-schrijver toegevoerd, evenals de uitgangsspanning van de meetbrug, die evenredig is met het moment M. Door de schrijver wordt dus het verloop van M met Θ opgetekend. *Fig. 7* toont de volledige opstelling.

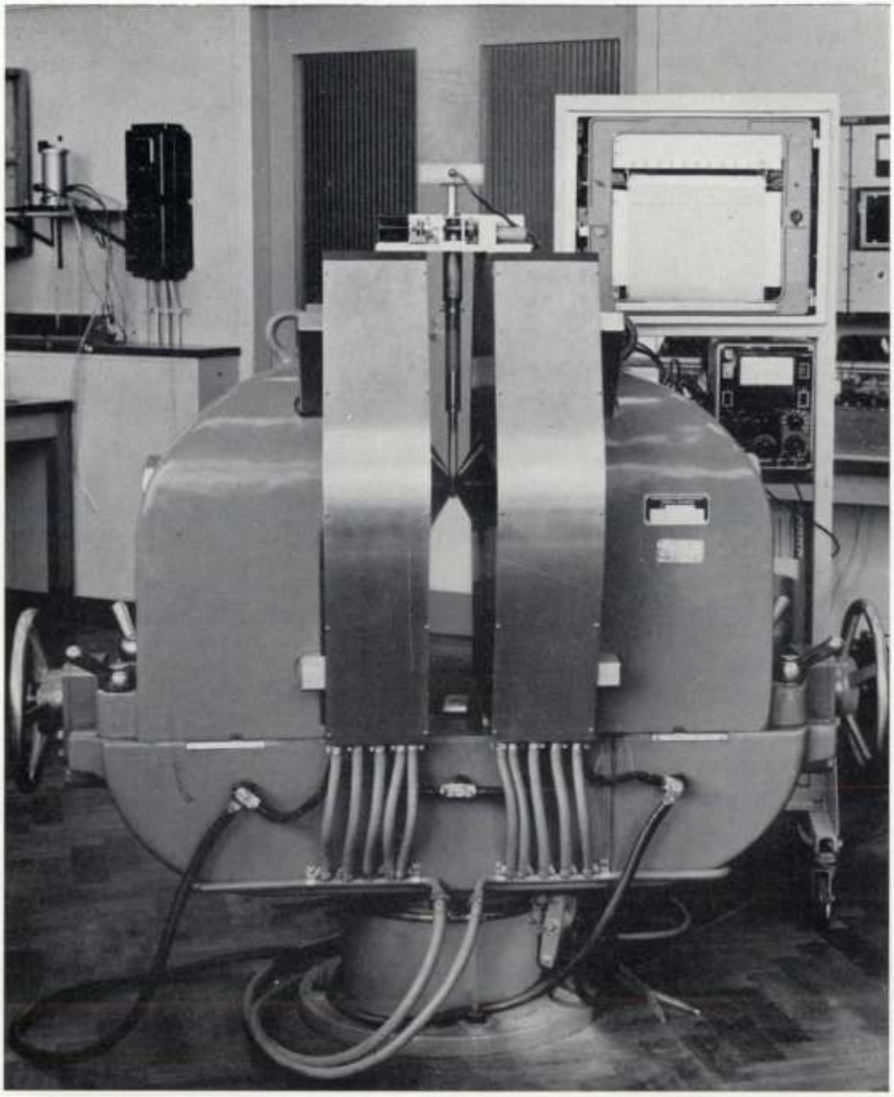


Fig. 7. Volledige opstelling voor het meten van de magnetische anisotropie. Het monster bevindt zich tussen de poolschoenen van de grote elektromagneet. Op de magneet ligt het hulpapparaat waarmee het meetinstrument met een snelheid van ongeveer 1 omwenteling per minuut om zijn lengteas wordt gedraaid. Rechts achter de magneet de x-y-schrijver, waarmee het moment M als functie van de hoek Θ wordt geregistreerd. Onder de x-y-schrijver bevindt zich de meetbrug PT 1200.

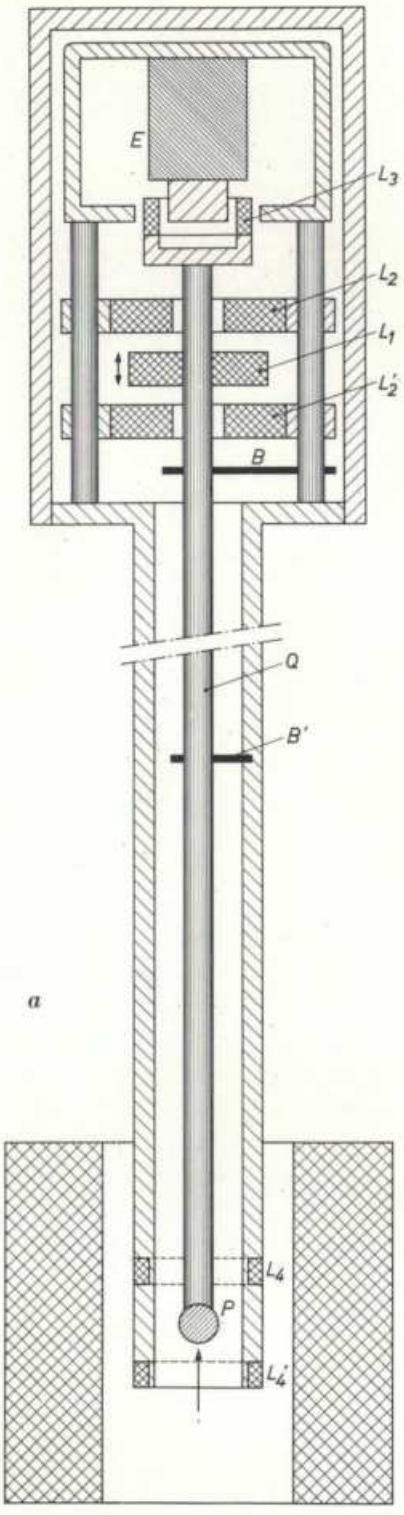
Magnetisatie

Een ferromagnetisch monster ondervindt onder invloed van een magnetisch veld dat in een bepaalde richting, b.v. de z-richting inhomogeen is, een aan deze richting evenwijdige kracht F die, behalve met de massa m van het monster, evenredig blijkt te zijn met de gradiënt $\mathrm{d}H/\mathrm{d}z$ in deze richting. Er geldt dus:

$$F = m\sigma \frac{\mathrm{d}H}{\mathrm{d}z}. \quad \ldots\ldots \quad (2)$$

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023



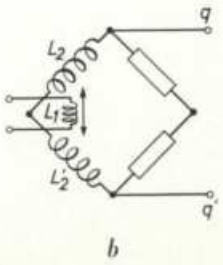


Fig. 8. *a*) Schematische voorstelling van het instrument voor het meten van de magnetisatie. De staaf Q is bevestigd aan de bladveren B en B' en draagt aan de onderkant het bolvormige monster P en aan de bovenzijde de spoel L_3, die deel uitmaakt van een luidsprekersysteem, waarvan E de permanente magneet is. Met de spoelen L_4 en L_4' wordt een veld met constante gradiënt dH/dz opgewekt, waardoor het door het veld van de solenoïde gemagnetiseerde monster een kracht ondervindt. De verplaatsing die hieruit zou resulteren, wordt door regeling van de stroom door L_3 tot nul gereduceerd, waarbij de differentiaaltransformator (L_1, L_2 en L_2'), opgenomen in een brugschakeling (*b*), samen met de meetbrug PT 1200 als nulindicator wordt gebruikt. De stroom door L_3 is een maat voor de magnetisatie.

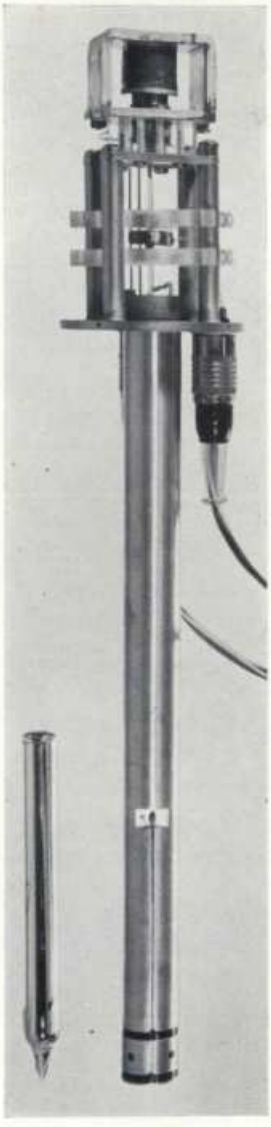


Fig. 9. Het instrument voor het meten van de magnetisatie. Het deksel is afgenomen. Links naast het apparaat een klein dewarvat, dat erin past, zodat bij het meten van de magnetisatie bij lage temperatuur slechts het monster en een klein deel van de kwartsstaaf moeten worden afgekoeld.

We kunnen σ bepalen door bij bekende m en dH/dz de grootte van F te meten, en we doen dit met het instrument dat in *fig. 8a* en *fig. 9* is weergegeven. Een lange, dunne kwartsstaaf Q is met bladveren B en B' op dezelfde wijze bevestigd als bij de verplaatsingsmeter in fig. 1, zodat hij eveneens slechts in de richting van zijn lengteas kan bewegen. Aan de onderzijde van de staaf wordt een, in de meeste gevallen bolvormig, monster P (diameter enkele mm) gekit. Aan de bovenzijde draagt de staaf een luidsprekersysteem, nl. een spoel L_3, die met een kleine tussenruimte om de kern van een permanente magneet E past [3]). Een andere aan de staaf bevestigde spoel L_1 vormt weer samen met twee spoelen L_2 en L_2' een differentiaaltransformator. In twee sleuven in het huis, ter hoogte van het monster, zijn twee spoelen L_4 en L_4' ondergebracht, waarmee we een magnetisch veld kunnen opwekken dat over een afstand van ongeveer 1 cm een bekende, constante, gradiënt dH/dz heeft (zie *fig. 10*).

Om het monster te magnetiseren, plaatsen we het smalle gedeelte van het instrument in een solenoïde. De velden die we daarmee kunnen opwekken, zijn weer sterk genoeg om de meeste materialen te verzadigen. Bij het inschakelen van de stroom door de spoelen L_4 en L_4' wordt op het homogene veld van de so-

De evenredigheidsconstante σ in deze formule is de magnetisatie per eenheid van massa. In plaats van $m\sigma$ schrijft men in (2) ook wel het produkt van het volume V van het monster en de magnetisatie I per eenheid van volume. De waarde van I die men hieruit zou afleiden, is over het algemeen niet erg nauwkeurig, aangezien de meeste ferromagnetische materialen poreus zijn, zodat het echte volume niet nauwkeurig kan worden bepaald.

[3]) In het apparaat dat Foëx en Forrer (J. Phys. Radium 7, 180, 1926) hebben geconstrueerd, is eveneens een luidsprekersysteem op deze plaats toegepast.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

lenoïde het veld met een constante gradiënt gesuperponeerd en ondervindt het monster een kleine kracht, die van dezelfde orde is als zijn gewicht en waardoor de spoel L_1 een kleine verplaatsing ondergaat. Deze verplaatsing kan op geheel dezelfde manier worden gemeten als bij het instrument voor de magnetische anisotropie. De uitvoering van de meting is hier echter enigszins anders. We bepalen nl. die stroom door de spoel L_3 waarbij de kracht op het monster wordt gecompenseerd door de kracht die het veld van de magneet E op de spoel L_3 uitoefent, ten gebruiken daarbij de meetbrug als nulindicator. We hebben deze meetmethode gekozen omdat het monster nu steeds op dezelfde plaats blijft

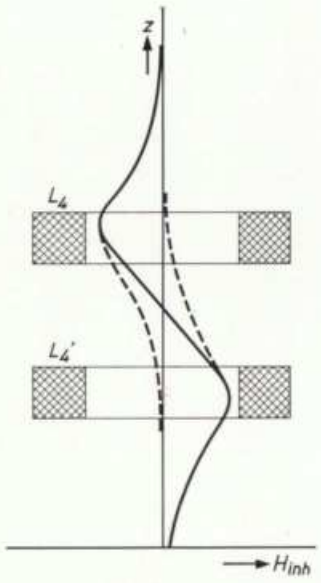


Fig. 10. Een inhomogeen magnetisch veld H_{inh} met een constante gradiënt dH/dz wordt opgewekt met twee gelijke spoelen L_4 en L_4' waardoor tegengestelde stromen vloeien. De velden van de spoelen afzonderlijk zijn gestippeld weergegeven. De som van de twee velden heeft over een afstand van ongeveer 1 cm een constante gradiënt.

ten opzichte van L_4 en L_4'. Op deze wijze vermijden we de fouten die zouden ontstaan doordat dH/dz niet overal precies dezelfde waarde heeft.

Het is uiteraard gewenst dat de magnetisatie σ in het monster zoveel mogelijk homogeen is, en aangezien σ van de veldsterkte afhangt, houdt dit in dat de variatie ΔH van H over de diameter van het monster klein moet zijn ten opzichte van H zelf. De veldsterkte H wordt gevarieerd van 80×10^3 tot 1600×10^3 A/m, terwijl ΔH ca. 3×10^3 A/m bedraagt, zodat aan de genoemde eis is voldaan.

Een andere bron van fouten is geëlimineerd doordat we in plaats van een ferroxcubekern, zoals bij het instrument voor de magnetostrictie, de spoel L_1 hebben gebruikt. De kracht die het sterke spreidingsveld van de solenoïde op de ferroxcubekern zou uitoefenen, kan nl. van dezelfde orde van grootte worden als de kracht die het monster ten gevolge van de gradiënt dH/dz ondervindt. Aangezien door de spoel L_1 een wisselstroom vloeit met een frequentie van 4 kHz, ondervindt deze spoel, gemiddeld

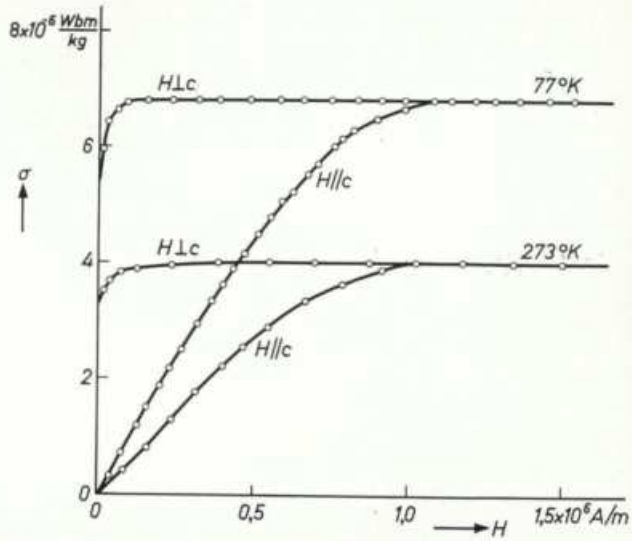


Fig. 11. Magnetisatie σ van een monokristal van $Ba_2Zn_2Fe_{12}O_{22}$ als functie van de veldsterkte H bij twee waarden van de temperatuur. Uit dergelijke metingen van de magnetisatie van monokristallen in verschillende kristalrichtingen, in casu loodrecht op resp. parallel met de hexagonale as (c) van het monster, kan men conclusies trekken over de magnetische structuur van de stof. (Grafiek overgenomen uit: U. Enz, J. appl. Phys. **32**, suppl. op no. 3, 22S, 1961. Zie verder: H. Zijlstra, proefschrift Amsterdam, 1960.)

over de tijd, geen kracht ten gevolge van het veld van de solenoïde.

De meetmethode is bijzonder geschikt om snel het verband tussen de magnetisatie en de veldsterkte te bepalen. Tevens kunnen we weer gemakkelijk de invloed van de temperatuur onderzoeken. De binnendiameter van het huis ter plaatse van het monster (16 mm) is nl. groot genoeg om plaats te bieden aan de hulpmiddelen die nodig zijn om de temperatuur te regelen. Fig. 9 toont links naast het instrument een klein dewarvat dat er in past. Voor een variabele temperatuur beneden kamertemperatuur gebruiken we een dunne, gespiraliseerde koperen buis, waardoor met een regelbare snelheid koude stikstof wordt geblazen. Voor het gebied boven kamertemperatuur tot 700 °C beschikken we over een kleine oven. *Fig. 11* geeft een aantal met het instrument gemeten krommen.

Samenvatting. Beschrijving van drie instrumenten voor het meten van resp. de magnetostrictie, de magnetische anisotropie en de magnetisatie. Bij alle drie de instrumenten wordt de magnetische grootheid bepaald door meting van de verplaatsing van een ferroxcubekern of een spoel. Deze verplaatsing brengt in twee spoelen een inductieverandering teweeg, die wordt gemeten door de twee spoelen aan te sluiten op een meetbrug PT 1200. De monsters van de ferromagnetische materialen, waaraan de metingen worden gedaan, bestaan in het geval van de magnetostrictie uit staven met een lengte van 5 cm, in de beide andere gevallen uit bolletjes met een diameter van enkele mm. Er is naar gestreefd om bij de gewenste nauwkeurigheid van 1% de apparatuur zo eenvoudig mogelijk te houden, zodat de metingen gemakkelijk kunnen worden uitgevoerd. Tevens kan met weinig hulpmiddelen de variatie van de drie magnetische grootheden met de temperatuur worden bepaald.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

RECENTE WETENSCHAPPELIJKE PUBLIKATIES VAN MEDEWERKERS VAN PHILIPS' LABORATORIA EN FABRIEKEN

Van deze publikaties, voor zover niet met een sterretje * gemerkt, verstrekt de Administratie van Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven, op aanvraag overdrukken.

3101: H. Bouma: Size of the static pupil as a function of wavelength and luminosity of the light incident on the human eye (Nature **193,** 690-691, 1962, no. 4816).

3102: P. A. H. Hart: On cyclotron-wave noise reduction (Proc. Inst. Radio Engrs. **50,** 227-228, 1962, no. 2).

3103: Th. J. van Kessel, F. L. H. M. Stumpers en J. M. A. Uyen: A method for obtaining compatible single-sideband modulation (E.B.U. Rev. Part A, no. 71, 12-19, 1962).

3104: H. J. M. Moonen: Het bepalen van bestelniveaus wanneer afname en levertijd gamma-verdeeld resp. normaal-verdeeld zijn (Statistica neerl. **16,** 113-120, 1962, no. 1).

3105: J. F. Schouten, J. W. H. Kalsbeek en F. F. Leopold: On the evaluation of perceptual and mental load (Ergonomics **5,** 251-260, 1962, no. 1).

3106: P. Clausing: On the molecular flow with Langmuirian adsorption of the molecules on the wall of the tube; a correction (Physica **28,** 298-302, 1962, no. 3).

3107: O. Bosgra en J. H. G. Roerink: Parental immunity in fowl pox and serum neutralization (T. Diergeneesk. **87,** 106-112, 1962, no. 2).

3108: J. Cornelissen en A. L. Zijlstra: The strength of glass rods as a result of various treatments (Symp. Résist. mécan. du verre, Florence 1961, blz. 337-358, Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi 1962).

3109: A. L. Zijlstra en J. de Groot: Surface condition and strength of glass objects (als **3108**, blz. 359-376).

3110: Y. Haven en A. Kats: Hydrogen in α-quartz (Silicates industriels **27,** 137-140, 1962, no. 3).

3111: J. J. Engelsman: Enkele elektrochemische methodes in de sporenanalyse (Chem. Weekblad **58,** 113-115, 1962, no. 11).

3112: H. Bremmer: On the theory of wave propagation through a concentrically stratified troposphere with a smooth profile, II. Expansion of the rigorous solution (J. Res. Nat. Bur. Stand. **66D**, 31-52, 1962, no. 1).

3113: W. L. Wanmaker en H. L. Spier: Luminescence of copper-activated orthophosphates of the type $ABPO_4$ (A = Ca, Sr, or Ba and B = Li, Na, or K) (J. Electrochem. Soc. **109,** 109-114, 1962, no. 2).

3114: J. A. Kok: Diëlektrische verliezen in heterogene diëlektrica (Ingenieur **74,** Ch 16-Ch 20, 1962, no. 8).

3115: P. A. H. Hart en G. H. Plantinga: Millimetre-wave noise of a plasma (Proc. 5th int. Conf. on ionization phenomena in gases, München 1961, deel I, blz. 492-499, North-Holland Publ. Co., Amsterdam 1962).

3116*: B. Okkerse: Preparation of semiconductor materials (Handbook of semiconductor electronics, 2nd ed., blz. 6-3 tot 6-31, McGraw-Hill, New York 1962).

3117: J. H. Stuy: Inactivation of transforming deoxyribonucleic acid by nitrous acid (Biochem. biophys. Res. Comm. **6,** 328-333, 1961, no. 5).

3118: J. H. Stuy: Studies on the mechanism of radiation inactivation of micro-organisms, IX. Mechanism of the ultraviolet-induced inactivation of transforming deoxyribonucleic acid (Photochem. Photobiol. **1,** 41-48, jan./mrt. 1962).

3119: G. W. van Oosterhout en C. J. Klomp: On the effect of grinding upon the magnetic properties of magnetite and zinc ferrite (Appl. sci. Res. **B 9,** 288-296, 1962, no. 4/5).

3120: N. W. H. Addink en L. J. P. Frank: Zinc content of hair from the head of carcinoma patients (Nature **193,** 1190-1191, 1962, no. 4821).

3121: H. Martinides, K. Nienhuis en K. van Duuren: The building-up and the spread of the discharge in halogen counters (als **3115,** blz. 756-762).

3122: L. A. Ellenkamp: Instrument for recording coercive force as a function of temperature (Rev. sci. Instr. **33,** 383-384, 1962, no. 3).

3123: W. Albers, C. Haas, H. Ober, G. R. Schodder en J. D. Wasscher: Preparation and properties of mixed crystals $SnS_{(1-x)}Se_x$ (Phys. Chem. Solids **23,** 215-220, maart 1962).

3124: K. J. de Vos, W. A. J. J. Velge, M. G. van der Steeg en H. Zijlstra: Permanent magnetic properties of iron-cobalt phosphides (J. appl. Phys. **33,** 1320-1322, 1962, suppl. op no. 3).

3125: J. C. Balder en C. Kramer: Video transmission by delta modulation using tunnel diodes (Proc. Inst. Radio Engrs. **50,** 428-431, 1962, no. 4).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

3126: K. van Duuren: Caractéristiques électriques des compteurs de Geiger à remplissage d'halogène (Le Vide **16**, 235-248, 1961, no. 95).

3127: J. J. van Loef: A note on activation analysis with neutron-induced threshold reactions (Nukleonik **4**, 151-152, 1962, no. 3).

3128: J. Verweel: Permeability and ferromagnetic resonance line width of some ferrites with garnet structure (Proc. Instn. Electr. Engrs. **109 B**, suppl. no. 21, 95-98, 1962).

3129: H. Bosma: On the principle of stripline circulation (Proc. Instn. Electr. Engrs. **109 B**, suppl. no. 21, 137-146, 1962).

3130*: H. Bremmer: The pulse solution connected with the Sommerfeld problem for a dipole in the interface between two dielectrics (Electromagnetic waves, red. R. E. Langer, blz. 39-64, Univ. Wisconsin Press, Madison 1962).

3131: G. J. M. Ahsmann: Some remarks on the anode fall in the Faraday dark space (Proc. 5th int. Conf. on ionization phenomena in gases, München 1961, deel I, blz. 306-314, North-Holland Publ. Co., Amsterdam 1962).

3132: C. J. M. Rooymans: A new compound in the Na_2O-Fe_2O_3 system (J. Phys. Soc. Japan **17**, 722-723, 1962, no. 4).

3133: C. Haas: Infrared absorption in heavily doped *N*-type germanium (Phys. Rev. **125**, 1965-1971, 1962, no. 6).

3134: R. Dijkstra, J. de Jonge en M. F. Lammers: The kinetics of the reaction of phenol and formaldehyde (Rec. Trav. chim. Pays-Bas **81**, 285-296, 1962, no. 3).

3135: B. van der Veen: Een meer-lokettenprobleem met overwerk (Statistica neerl. **16**, 195-204, 1962, no. 2).

3136: W. J. Oosterkamp: Möglichkeiten zur Steigerung der Detailerkennbarkeit im Röntgenbild (Ärztl. Forschung **16**, I/122-I/129, 1962, no. 3).

3137: G. Klein: Some aspects of the measurement of small voltages (Mesucora 1961, Congr. int. Mesure - contrôle - régulation - automatisme, Parijs, blz. 109-118).

3138: U. Enz: Permeability, crystalline anisotropy and magnetostriction of polycrystalline manganese-zinc-ferrous ferrite (Proc. Instn. Electr. Engrs. **109 B**, suppl. no. 21, 246-247, 1962).

3139: H. Mooijweer: Enige wiskundige aspecten van parametrische versterkers (Ingenieur **74**, O 37-O 43, 1962, no. 20).

3140: M. J. Sparnaay: Corrections of the theory of the stability of hydrophobic colloids (the specific influence of ions) (Rec. Trav. chim. Pays-Bas **81**, 395-416, 1962, no. 5).

3141: P. F. Bongers: Thermodynamische en kristallografische eigenschappen van enkele verbindingen der overgangselementen (Chem. Weekblad **58**, 313-319, 1962, no. 26).

3142: J. A. W. van Laar: Should the cold check test for furniture lacquers be substituted by more scientific test methods? (VI. FATIPEC-Kongress 1962, blz. 430-436, Verlag Chemie, Weinheim 1962).

3143: H. G. Grimmeiss, W. Kischio en H. Koelmans: *P-N*-junction photovoltaic effect in zinc-doped GaP (Solid-state electronics **5**, 155-159, mei-juni 1962).

3144: S. van Houten: Mechanical losses in Li-doped NiO semiconductors (Phys. Chem. Solids **23**, 1045-1048, aug. 1962).

3145: F. K. Lotgering: Paramagnetic susceptibilities of Fe^{2+} and Ni^{2+} ions at tetrahedral or octahedral sites of oxides (Phys. Chem. Solids **23**, 1153-1167, aug. 1962).

3146: D. J. van Ooijen: The electrical resistance of hydrogen-charged nickel wires (Phys. Chem. Solids **23**, 1173-1175, aug. 1962).

3147: H. Koopman: Hydrolysis of 2-substituted 4,6-dichloro-1,3,5-triazines (Rec. Trav. chim. Pays-Bas **81**, 465-474, 1962, no. 5).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!